



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

12 **Offenlegungsschrift**
10 **DE 197 11 083 A 1**

51 Int. Cl.⁶
B 01 D 15/08
B 01 D 63/00
C 07 K 14/435

21 Aktenzeichen: 197 11 083.5
22 Anmeldetag: 18. 3. 97
43 Offenlegungstag: 24. 9. 98

DE 197 11 083 A 1

71 Anmelder:
Sartorius AG, 37075 Göttingen, DE

72 Erfinder:
Nußbaumer, Dietmar, Dr., 37079 Göttingen, DE;
Demmer, Wolfgang, Dr., 37077 Göttingen, DE; Hörl,
Hans-Heinrich, Dr., 37120 Bovenden, DE; Graus,
Andreas, 37176 Nörten-Hardenberg, DE; Pradel,
Günter, 37077 Göttingen, DE; To Vinh, Khuong,
31167 Bockenem, DE; Weiss, Abdul, Dr., 37075
Göttingen, DE

56 Entgegenhaltungen:
US 55 75 910
US 49 86 909
US 48 95 806

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Vorrichtung für die adsorptive Stofftrennung mit Adsorptionsmembranen

57 Die Erfindung betrifft Vorrichtungen für adsorptive Stofftrennungen mittels Permeation von Flüssigkeiten durch poröse Adsorptionsmembranen und Verwendungen der Vorrichtungen.

Erfindungsgemäße Vorrichtungen bestehen aus einem aus einem Mantelrohr, Boden- und Deckelement gebildeten zylindrischen Gehäuse, das mindestens ein wickelförmig als Hohlzylinder ausgebildetes Adsorbermodul aus Adsorptionsmembranen umschließt, in welchem konzentrisch ein zylindrischer Kern angeordnet ist. Zwischen der Innenfläche des Hohlzylinders und dem zylindrischen Kern und zwischen der Außenfläche des Hohlzylinders und dem Mantelrohr ist ein innerer und ein äußerer Ringspalt ausgebildet. Vorzugsweise befinden sich für die Zufuhr der Flüssigkeiten radiale Kanäle im Kern, die mit dem inneren Ringspalt, und für die Abfuhr des Permeats radiale Kanäle im Bodenelement, die mit dem äußeren Ringspalt verbunden sind.

Durch Parallel- und Serienschaltungen sind Anwendungen der Vorrichtung für Scale-up und Scale-down Arbeiten im Labor, Technikum und in der Produktion möglich.

DE 197 11 083 A 1

Die Erfindung betrifft Vorrichtungen für adsorptive Stofftrennungen mittels Permeation von Flüssigkeiten durch poröse Adsorptionsmembranen und Verwendungen der Vorrichtungen zur Durchführung adsorptiver Stofftrennungen.

- 5 Die Vorrichtung ist anwendbar zur selektiven Abtrennung und Reinigung von Stoffen, wie beispielsweise von biospezifischen Molekülen, Proteinen, Enzymen, ionogenen Stoffen, Metallionen, insbesondere Schwermetallionen aus unterschiedlichen Medien. Die Erfindung gestattet die Verwendung der Vorrichtung für Arbeiten im Labor, im Technikum und in der Produktion. Durch ihren Aufbau sind Arbeiten zur Maßstabsanpassung sowohl im Scale-up als auch im Scale-down möglich. Erfindungsgemäße Vorrichtungen sind anwendbar im Bereich der Biotechnologie, der Gentechnik, der Pharmazie, der Chemie, der Getränke- und Lebensmittelindustrie sowie des Umweltschutzes.

- 10 Unter adsorptiver Stofftrennung wird eine spezifische Abtrennung oder Reinigung von Stoffen (Komponenten) aus einer flüssigen Phase (Medium) verstanden, die von einem festen Adsorbens spezifisch adsorbiert werden. Dazu wird ein zu filtrierendes Medium, das die abzutrennenden oder zu reinigenden Stoffe enthält, auf das Adsorbens gegeben oder hindurchgepreßt und mittels einer oder mehrerer Elutionsflüssigkeiten (Eluenten), die unter Druck durch das Adsorbens gepreßt werden aufgetrennt. In Abhängigkeit vom Ausmaß der Wechselwirkung der Bestandteile des Mediums mit dem Adsorbens und den Elutionsflüssigkeiten werden die einzelnen Komponenten vom Adsorbens unterschiedlich stark festgehalten und treten fraktioniert aus dem Adsorbens aus. Die im Medium enthaltenen zu trennenden Stoffe können entweder alleine oder gemeinsam am Adsorbens adsorbiert werden. Im letzteren Fall wird das Medium mit dem zu trennenden Stoffgemisch zum Beispiel solange durch das Adsorbermodul filtriert, bis der gewünschte Stoff am Auslaß des Moduls erscheint. Mit geeigneten Elutionsflüssigkeiten, die durch den Modul zum Beispiel hindurchfiltriert werden, kann er
- 20 getrennt von anderen am Adsorbens festgehaltenen Stoffen eluiert werden (Stufenelution). Es kann aber auch ein unerwünschter Stoff (Kontaminant) aus dem Medium abgetrennt werden. Ein weiteres Einsatzgebiet von Adsorbent ist die Chromatographie, bei der nur ein Teil der Adsorptionskapazität des Adsorbent zur Adsorption ausgenutzt wird und die Trennung der adsorbierten Komponenten darauf beruht, daß für die Elution unterschiedliche Volumina des Elutionsmittels erforderlich sind. Wenn auch auf die Chromatographie im folgenden nicht ausdrücklich Bezug genommen wird, liegt sie als Anwendung im Bereich der Erfindung.

- Bei der adsorptiven Stofftrennung spielt also die Wechselwirkungen zwischen festen und flüssigen Phasen eine wichtige Rolle, wobei die feste Phase zum Erreichen einer hohen Wirksamkeit eine hohe spezifische Oberfläche aufweisen muß und damit entweder eine geringe Partikelgröße oder eine hohe Porosität haben sollte. Da dem Einsatz extrem feiner Feststoffe in der Praxis Grenzen gesetzt sind, werden im allgemeinen als feste Phasen hochporöse Matrices verwendet. Die Verwendung poröser Matrices hat zur Folge, daß der Kinetik des Elementarvorgangs der Adsorption/Desorption, d. h. der Wechselwirkung zwischen der Komponente der flüssigen Phase mit der festen Phase, die Kinetik überlagert ist, mit der der Stofftransport in die poröse Matrix hinein und aus ihr heraus erfolgt. Da der Stofftransport bei bekannten Matrices überwiegend diffusiv geschieht (wie zum Beispiel bei den partikulären und porösen Matrices), tritt eine für die Effektivität des Verfahrens nachteilige Diffusionslimitierung auf, weil wegen der in flüssigen Phasen generell niedrigen Diffusionskoeffizienten die Kinetik des Gesamtprozesses durch die Kinetik des Stofftransports bestimmt wird. Durchgehende Porenstrukturen aufweisende nichtpartikuläre Matrices, wie poröse Membranen, bieten demgegenüber die Möglichkeit zum überwiegend konvektiven Stofftransport unter der Einwirkung einer Druckdifferenz und damit zu einer wirksamen Ausschaltung der unerwünschten Diffusionslimitierung.

- 40 Unter Adsorptionsmembranen sollen Membranen verstanden werden, die an ihrer inneren und äußeren Oberfläche funktionelle Gruppen, Liganden oder Reaktanden tragen, die zur Wechselwirkung mit mindestens einem Stoff einer mit ihr in Kontakt stehenden flüssigen Phase befähigt sind.

- Die Bezeichnung Adsorptionsmembran ist als Oberbegriff für verschiedene Arten von Adsorptionsmembranen zu verstehen, wie Kationen-, Anionen-, Liganden-, Affinitäts- oder aktivierten Membranen, die ihrerseits wieder je nach den funktionellen Gruppen, Liganden oder Reaktanden in unterschiedliche Adsorptionsmembran-Typen eingeteilt werden. Poröse Adsorptionsmembranen sind Membranen deren mittlere Porendurchmesser im Mikrofiltrationsbereich liegen und zwischen ungefähr 0,1 µm bis ungefähr 15 µm betragen. Die Dicke der verwendeten porösen Adsorptionsmembranen beträgt zwischen ungefähr 100 µm und ungefähr 500 µm.

- 50 Aus der DE-OS 44 32 628 und den US-PS 5.575.910 und 4.895.806 sind Vorrichtungen und Verfahren zur Durchführung von adsorptiven Stofftrennungen mittels Permeation von Flüssigkeiten durch poröse Adsorptionsmembranen bekannt, bei denen die Adsorptionsmembranen in Druckfiltrationsgeräten axial oder radial angeströmt werden. Zur Erhöhung der Adsorptionskapazität werden Adsorptionsmodule aus einer Vielzahl flächiger Zuschnitte poröser Adsorptionsmembranen in Stapelform verwendet. Die vorgeschlagenen Lösungen haben den Nachteil, daß bei der Herstellung der flächigen Zuschnitte ein relativ hoher Verschchnitt an wertvollen Adsorptionsmembranen eintritt, die bekanntlich hochveredelte und kostenintensive Produkte darstellen. Außerdem ist die Erhöhung der Anzahl der Zuschnitte an porösen Adsorptionsmembranen, die als Stapel vom zu filtrierenden Medium durchströmt werden, mit einer Verringerung der Durchflußleistung und einer relativ raschen Verblockung der oberen Lagen der Zuschnitte der Adsorptionsmembranen verbunden.

- 60 Aus den US-PS 4.895.806 und 4.986.909 ist bekannt, das Adsorptionsmaterial in Form eines Wickels einzusetzen, wodurch der Verschchnitt an wertvollen Adsorptionsmembranen verringert werden kann. Gemäß der US-PS 4.895.806 wird beispielsweise eine Bahn einer Adsorptionsmembran auf einem porösen Rohr aufgewickelt und unter Anlegung einer Druckdifferenz von außen nach innen Medium durchströmt. Ein Nachteil besteht darin, daß die Permeationswirksame Filterfläche bei einem Wickel von außen nach innen abnimmt. Wird also der Durchmesser des porösen Rohres klein gewählt, ist auch die Durchflußleistung der Vorrichtung entsprechend klein.

- 65 Wird er hingegen groß gewählt, ist auch das dadurch bewirkte Totvolumen groß. Die Lösung hat darüber hinaus den Nachteil, daß die Durchflußleistung rasch abnimmt und die Standzeit aufgrund von Membranfouling und Membrandefekten relativ gering ist.

Das gemäß der US-PS 4.986.909 verwendete Wickel wird ebenfalls von außen nach innen durchströmt. Allerdings be-

steht sein Bahnmateriale nicht aus Adsorptionsmembranen, sondern aus einem aus Fasern aufgebauten Flächengebilde. Das ist von Nachteil, weil derartige Materialien eine ungünstige Bindungskinetik aufweisen und darüber hinaus schwer kontrollierbare Schrumpf- und Quelleigenschaften haben. Um die letzteren unter Kontrolle zu bringen, wurde vorgeschlagen, zwischen den Einzellagen des Wickels aus dem faserigen Flächengebilde flexible Ausgleichsschichten einzubringen unter Inkaufnahme des Nachteils, daß derartige Maßnahmen zu einer Erhöhung des Totvolumens und einer Verminderung des für den eigentlichen Stofftrennprozeß verfügbaren Apparatvolumens führen.

Den bekannten Vorrichtungen, die einen aus einem Bahnmateriale bestehenden Wickel zur adsorptiven Stofftrennung verwenden, haftet darüber hinaus der Nachteil an, daß sie eine starre Konfiguration besitzen, die keine flexible Anpassung an die zu lösenden Trennaufgaben zulassen.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, eine mit einem Adsorbermodul ausgestattete Vorrichtung zur Durchführung von adsorptiven Stofftrennungen mittels Permeation von Flüssigkeiten durch poröse Adsorptionsmembranen zu schaffen, die so aufgebaut ist, daß sie sich durch ein geringes Totvolumen, ein optimales Apparatvolumen bei möglichst großer Bindungskapazität, eine gute Durchflußleistung und lange Standzeit sowie eine hohe Flexibilität zur Anpassung an die zu lösenden Trennaufgaben auszeichnet sowie Verwendungen der Vorrichtungen zur Durchführung von adsorptiven Stofftrennungen vorzuschlagen.

Die Aufgabe wird zum einen gelöst durch eine Vorrichtung aus einem Mantelrohr, das mit einem Boden- und einem Deckelement zu einem zylindrischen Gehäuse mit Flüssigkeitsein- und -auslassen verbunden ist, welches mindestens ein hohlzylindrisch ausgebildetes Adsorbermodul mit mindestens einem Wickel aus mindestens einer Windung einer Adsorptionsmembran und mit einem darin konzentrisch angeordneten zylindrischen Kern aufnimmt. Das mindestens eine Adsorbermodul ist zwischen dem Boden- und dem Deckelement unter Ausbildung mindestens eines Flüssigkeitseinlaß- und mindestens eines Flüssigkeitsauslaßraumes derart eingeschlossen, daß die Flüssigkeiten bei der Permeation vom Flüssigkeitseinlaß zum Flüssigkeitsauslaß bestimmungsgemäß die porösen Adsorptionsmembranen des Adsorbermoduls passieren. Das hohlzylindrisch ausgebildete Adsorbermodul ist so dimensioniert, daß zwischen seiner Innenfläche und dem zylindrischen Kern und zwischen seiner Außenfläche und dem Mantelrohr ein innerer und ein äußerer Ringspalt ausgebildet ist. Vorzugsweise sind dabei der Anschluß für die Flüssigkeitszufuhr durch radiale Kanäle im Kern mit dem inneren Ringspalt und der Anschluß für die Flüssigkeitsabfuhr durch radiale Kanäle im Bodenelement mit dem äußeren Ringspalt verbunden.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß durch die erfindungsgemäße Konstruktion, die eine Durchströmung des Adsorbermoduls von innen nach außen sichert eine hohe Durchflußleistung und Standzeit zur Folge hat, ein Membranfouling stark abgeschwächt und die Adsorptionsmembranen vor mechanischen Defekten während des Permeationsbetriebs bewahrt bleiben.

Offenbar dienen die inneren Windungen eines von außen angeströmten Wickels, wie auch die unteren Lagen eines Adsorptionsmembranstapels als Filterunterstützung für die äußeren Windungen beziehungsweise für die oberen Lagen eines Stapels, wodurch die inneren Windungen beziehungsweise die unteren Lagen komprimiert werden. Die Adsorptionsmembranen erleiden infolge ihres hohen Porenvolumens unter Kompression eine Verminderung ihrer Dicke, die von einer Verminderung ihrer Durchflußleistung begleitet ist. Im Falle von außen druckbeaufschlagter Wickel hat die Dickenverminderung jedoch noch eine andere, viel gravierendere Folge als die Durchflußverminderung. Dadurch, daß die inneren Windungen durch die Druckbeanspruchung komprimiert werden, nimmt der Durchmesser des Wickels ab und somit auch der Durchmesser der Einzelwindungen, und zwar am stärksten, je weiter außen sie sich befinden. Da aber die pro Windung aufgewickelte Bahnlänge gleich bleibt, wird die geometrische Form der Einzelwindungen, die ursprünglich näherungsweise einen Kreiszylinder darstellt, verzerrt und irregulär. Das ruft Wellen- und Faltenbildungen hervor, was zu ungleichmäßigen Durchströmungsbedingungen und damit zu ungleichmäßiger Beladung mit der Folge vorzeitigen lokalen Durchbruchs der Zielsubstanz führt. Die praktische Folge davon ist, daß die dynamische Bindungskapazität der Adsorptionsmembran sehr viel niedriger ist, als von der eingesetzten Adsorberfläche zu erwarten wäre. Dieser Effekt wird noch dadurch verstärkt, daß die Adsorptionsmembran an den Falten derart stark mechanisch beansprucht wird, daß es zu Membranbrüchen kommt.

Die Überlegenheit der erfindungsgemäßen Vorrichtungen von mit innen nach außen durchströmten hohlzylindrisch ausgebildeten Adsorbermodulen gegenüber Adsorptionsmembranzwickeln, die von außen nach innen durchströmte werden, kommt vor allem nach längerem Betrieb voll zur Geltung. Naturgemäß sind die zuerst durchströmten Lagen der Adsorptionsmembranen in besonderem Maße den Verblockungen durch partikuläre Kontaminanten des zu filtrierenden Mediums als auch durch Fouling-Effekte ausgesetzt. Sobald also bei herkömmlichen Vorrichtungen die äußerste Windung verblockt ist, wird der gesamte Arbeitsdruck nicht nur zur Kompression der innersten, sondern praktisch aller Windungen wirksam.

Durch die Durchströmung von innen nach außen wird eine Vermeidung der beschriebenen, nachteiligen Kompressionseffekte erreicht. Wenn, im Extremfall, die innerste Windung verblockt ist, ist sie einer Zugbeanspruchung ausgesetzt, mit der Folge daß das Bahnmateriale, gedehnt und nicht gestaucht wird, was Faltenbildung ausschließt. Das Verhalten eines Adsorptionsmembranzwickels bei Druckbeanspruchung von außen bzw. von innen ist dem eines Schlauches vergleichbar, der im ersten Fall kollabiert, während er im anderen Fall keine nennenswerten Dimensionsänderungen erleidet.

Die Anwendung eines Ringspaltes anstelle eines porösen Rohres auf der Innenseite des hohlzylindrisch ausgebildeten Adsorbermoduls und eines Ringspaltes auf der Außenseite bewirkt, daß das Totvolumen beliebig klein gehalten werden kann. In einer bevorzugten Ausführungsform werden die Ringspalten durch Abstandshalter durchgehend offen gehalten, die gleichzeitig Stützfunktionen für das Adsorbermodul haben. Als Abstandshalter sind alle für den Fachmann üblichen Materialien zum Bau von Permeationsmodulen einsetzbar. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung sind die Abstandshalter durch Nuten ausgebildet, die sich auf der Oberfläche des zylindrischen Kerns und auf der inneren Umfangsfläche des Mantelrohres befinden. Die Nuten können verschiedene Form und einen unterschiedlichen Verlauf haben. Sie können beispielsweise helixartig umlaufend ausgebildet sein.

Überraschenderweise wurde ein Zusammenhang zwischen der Dimensionierung der Ringspalten der erfindungsgemä-

Ben Vorrichtung und der Durchflußleistung der Adsorptionsmembranen gefertigt, oder eine solche Dimensionierung von Ringspalten gestattet, bei denen eine optimale Ausnutzung der Adsorptionskapazität des Adsorbers gewährleistet ist.

Die Strömungsquerschnitte der Ringspalte sind entscheidend für den hydraulischen Druckabfall sowohl des zugeführten Mediums als auch des abgeführten Permeats. Dieser Druckabfall soll möglichst klein sein, und zwar nicht nur deshalb, weil Druckverluste in den Ringspalten zu Lasten des bei einem bestimmten Betriebsdruck mit der Vorrichtung erreichbaren Durchflußleistung gehen, sondern weil sie zu lokal unterschiedlichen Druckdifferenzen über die Länge der Vorrichtung führen. Lokal unterschiedliche Druckdifferenzen bewirken auch lokal unterschiedliche Durchflußleistungen, mit der Folge, daß die Bindungskapazität der Adsorptionsmembrane lokal zu unterschiedlichen Zeitpunkten erschöpft wird. Da die insgesamt nutzbare Bindungskapazität eines Adsorbers dann erschöpft ist, sobald an einer Stelle der erste Durchbruch der Zielsubstanz auftritt, hat ein hoher Druckabfall im inneren und/oder äußeren Ringspalt eine Verminderung der nutzbaren Bindungskapazität zur Folge.

Wenn die nachteiligen Folgen eines großen Druckabfalls in den Ringspalten konstruktiv durch besonders große Spaltbreiten vermieden werden, wobei unter Spaltbreite eines Ringkanals die Differenz zwischen seinem äußeren und inneren Radius zu verstehen ist, besteht die Gefahr der Überdimensionierung. Überdimensionierte Spaltbreiten bedingen nicht nur ein unnötig großes Totvolumen, sondern auch ein unnötig großes Apparatvolumen. Ein hohes Totvolumen einer Adsorberanlage beeinträchtigt deren technische Leistungsfähigkeit. Ein großes Apparatvolumen hat u. a. hohe Herstellungskosten zur Folge.

Der optimale Ringspalt ist so dimensioniert, daß sowohl die durch Unter- als auch durch Überdimensionierung bewirkten nachteiligen Erscheinungen vermieden werden. Die optimale Spaltbreite ist abhängig von der spezifischen Durchflußleistung der Adsorptionsmembran, der Dicke der Adsorptionsmembran, dem Verhältnis von innerem zu äußerem Durchmesser des aus der Adsorbermembran gebildeten Hohlzylinders und der Länge des Adsorbermoduls.

Die Abhängigkeit der optimalen Spaltbreite von der Länge des Adsorbermoduls erschwert ihre empirische Ermittlung insofern, als sie die direkte Übertragung von an kleinen Versuchsmodellen erhaltenen Ergebnissen auf große Einheiten ausschließt. Das bedeutet in der Praxis, daß für die empirische Optimierung der Spaltbreiten Versuchsmodelle in Originalgröße unter Verwendung der vorgesehenen Adsorptionsmembran erstellt und unter Varierung der Spaltbreiten das Durchfluß- und Durchbruchverhalten mit einem relevanten Testsystem untersucht werden mußte.

Nach der Erfindung wird es ermöglicht, die optimalen Spaltbreiten wesentlich ökonomischer und dennoch mit hinreichender Genauigkeit auf der Basis eines Ähnlichkeitsgesetzes zu ermitteln. Dieses Ähnlichkeitsgesetz beruht auf einer dimensionslosen Größe, des dimensionslosen Widerstandsparameters A, die es erlaubt, mathematische Zusammenhänge zwischen den geometrischen und hydraulischen Gegebenheiten der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit ihren qualitätsbestimmenden Eigenschaften herzustellen und die im Falle eines radial durchströmten Membranwickels wie folgt definiert ist:

$$A = L \cdot \frac{8 \cdot D \cdot d \cdot c \cdot P}{\left[(R_2 + k)^2 - R_2^2 \right] \left[(R_2 + k)^2 + R_2^2 - \frac{(R_2 + k)^2 - R_2^2}{\ln \left(\frac{R_2 + k}{R_2} \right)} \cdot \ln \left(\frac{R_2}{R_1} \right) \right]}$$

Es bedeuten:

R_1 = Innenradius des Adsorber-Hohlzylinders [cm]

R_2 = Außenradius des Adsorber-Hohlzylinders [cm]

45 k = Breite des äußeren Ringspalts [cm]

L = Länge des Adsorber-Hohlzylinders [cm]

D = Spezifische Durchflußleistung der Einzeladsorbermembran bei 1 cP [cm/min bar]

d = Dicke der Einzeladsorbermembran [cm].

Wenn mehrere Adsorbermodule in einem Mantelrohr parallelgeschaltet sind ist für L die Gesamtlänge der Module einzusetzen.

Die Definition von A leitet sich unter vereinfachenden Annahmen aus den Strömungsverhältnissen in einer erfindungsgemäßen Vorrichtung ab (Gültigkeit des Hagen-Poiseuille'schen Gesetzes im Ringspalt, linearer Zusammenhang zwischen Druckdifferenz und Durchfluß durch die Membranen, Vernachlässigung des Staudrucks).

Unter Vernachlässigung der unterschiedlichen Strömungswiderstände im inneren und äußeren Ringspalt lassen sich näherungsweise der lokale statische Druck in den Ringspalten und daraus die lokale, statische Druckdifferenz ermitteln. Für den Betrieb eines Adsorbers sind wesentlich:

die mittlere Druckdifferenz ΔP_m , die erreichbare Filtrationsleistung bestimmt

die maximale Druckdifferenz, die den Beginn des Durchbruchs der Zielsubstanz und

damit die verlustfreie Kapazitätsausnutzung K_n des Adsorbers bestimmt.

60 Es gelten folgende Beziehungen, wobei P_0 die Druckdifferenz zwischen Eingang und Ausgang des Adsorbers bezeichnet und K die Bindungskapazität des Adsorbers ohne Strömungswiderstände in den Ringspalten.

$$\Delta P_m = P_0 \frac{\sinh(A)}{A (\cosh(A) + A \cdot \sinh(A))}$$

$$K_n = K \cdot \frac{\tanh(A)}{A}$$

Die Berechnungen werden an folgenden Beispielen verdeutlicht, denen praktische Zahlenwerte der beispielhaft genannten erfindungsgemäßen Ausführungsformen zugrunde liegen (das Beispiel mit nur einer Windung illustriert den nachteiligen Einfluß zu eng dimensionierter Kanäle):

$L = 100 \text{ cm}$ $R_2 = 48 \text{ mm}$ $k = 2 \text{ mm}$ $D = 150 \text{ cm}^3/\text{cm}^2 \text{ min bar}$ $d = 300 \text{ }\mu\text{m}$

Windungszahl	R_1 [mm]	A	$\Delta P_m/P_0$	K_n/K
1	47,7	0,425	0,806	0,944
14	43,8	0,112	0,984	0,996
29	39,2	0,058	0,996	0,999
67	27,9	0,024	0,999	1

Vorzugsweise werden die Spaltbreiten der Ringspalte so gewählt, daß der äußere und der innere Ringspalt das gleiche Volumen aufweisen. Daher weist der äußere eine geringere Spaltbreite und somit einen höheren Strömungswiderstand auf als der innere und wird für die Beurteilung des Druckabfalls herangezogen.

Obwohl nach der Erfindung auch Vorrichtungen herstellbar sind, bei denen die Adsorptionsmembran mit dem Gehäuse fest verbunden ist (Disposables), liegt der Schwerpunkt auf dem Gebiet technischer Einheiten für den Prozeßmaßstab. Nach der erfindungsgemäßen Lösung ist die Neubestückung einer Vorrichtung oder von Anlagen mit derartigen Vorrichtungen mit Adsorptionsmembranen mit dem geringstmöglichen Materialeinsatz verbunden. Erfindungsgemäß wird dies dadurch erreicht, daß die Vorrichtung lediglich aus den fünf Grundbauteilen Mantelrohr, Bodenelement, Deckelelement, Adsorbermodul und Kern aufgebaut. Dazu kommen lediglich Hilfsbauteile, die im einzelnen weiter unten beschrieben sind.

Ein wesentlicher Aspekt der Erfindung besteht deshalb darin, daß für unterschiedliche Adsorbermodule, also solche mit unterschiedlichen Windungszahlen im Adsorptionsmembranwickel, im Prozeßmaßstab dieselbe Hardware, also identische Bauteile eingesetzt werden können. Mit anderen Worten: Adsorbermodule mit unterschiedlichen Windungszahlen haben zwar unterschiedliche Kerndurchmesser, sie können jedoch in denselben Gehäusen eingesetzt werden. Das wird erfindungsgemäß dadurch erreicht, daß die Dimensionen des Verbindungsstückes zwischen dem Deckelelement und dem Kern unabhängig von der Windungszahl für alle Module gleich ist.

Die zielgerichtete Einführung einer neuen Technologie setzt voraus, daß gleichermaßen Probleme des Scale-up als auch des Scale-down beherrscht werden. Dementsprechend bietet die vorliegende Erfindung zwei grundsätzliche Ausführungsformen, nämlich Ausführungsform I, die sich besonders für das Scale-up, und Ausführungsform II, die sich insbesondere für das Scale-down eignet. Wesentlich ist dabei, daß sich die mit der Ausführungsform II erhaltenen Versuchsergebnisse direkt zur Maßstabsvergrößerung auf die Ausführungsform I übertragen lassen. Dabei wird in beiden Fällen von einem sogenannten Einheitsmodul ausgegangen, dessen Länge zweckmäßigerweise der Herstellbreite der Adsorptionsmembran entspricht. Das Scale-up-Prinzip ist dabei die Parallelschaltung von Einheitsmodulen, das Scale-down-Prinzip die Verkürzung von Einheitsmodulen.

Zwar wäre es technisch möglich, beim Scale-down dieselbe Konstruktion einzusetzen, wie beim Scale-up. Dagegen sprechen aber unterschiedliche Anforderungen an die zu verwendenden Werkstoffe. Während bei einer technischen Anlage ein robuster Konstruktionswerkstoff wie beispielsweise Edelstahl zu bevorzugen ist, ist es für Versuchsvorrichtungen vielfach wünschenswert, auch durchsichtige Materialien wie Glas oder Plexiglas einsetzen zu können. Auch dann, wenn weder Zielsubstanz noch zu bindende Kontaminanten eine Eigenfärbung aufweisen, kann die visuelle Beurteilung des chromatographischen Ablaufs entscheidende Rückschlüsse ermöglichen. Zu nennen sind hierin erster Linie die Schlieren, die durch unterschiedliche Brechungsindizes hervorgerufen werden. Lokal unterschiedliche Brechungsindizes wiederum basieren auf unterschiedlichen Konzentrationen von gelösten Substanzen, seien es die Zielsubstanz, ein Kontaminant oder ein Puffer- bzw. Elutionsmitteladditiv.

Demgemäß unterscheiden sich die Ausführungsformen I und II in erster Linie dadurch, daß bei der Ausführungsform I die mechanische Verbindung zwischen dem Boden- und dem Deckelelement und die Aufnahme der axialen Dichtungskräfte durch das Mantelrohr erfolgt, während bei der Ausführungsform II die mechanischen Aufgaben vom Kern übernommen werden und die Aufgabe des Mantelrohrs auf die Sammlung des Permeats reduziert ist. Infolgedessen können bei Ausführungsform II für das Mantelrohr auch die erwähnten transparenten Werkstoffe eingesetzt werden, während bei Ausführungsform I vorzugsweise Edelstahl verwendet wird.

Das Adsorbermodul ist für beide Ausführungsformen identisch.

Die Ausführungsformen I und II entsprechen in der Strömungsführung dem, wofür sich bei der Permeation der Begriff "dead end Permeation" eingebürgert hat, d. h. das gesamte zu filtrierende Medium durchströmt das Adsorbens und wird als Permeat der Vorrichtung entnommen. Nach der Erfindung ist es jedoch auch möglich, den sogenannten "cross flow" Betrieb zu realisieren, d. h. nur ein Teil des zugeführten Mediums durchströmt das Adsorbens und fällt als Permeat an, während ein anderer am Ende des inneren Ringkanals als sogenanntes Retentat wieder abgeführt wird. Diese Ausfüh-

rungsform kann dann eingesetzt werden, wenn das Medium partikuläre Komponenten enthält, die nicht beliebig aufkonzentriert werden können und zu einer Verblockung des Adsorbens führen würden. Eine Vorrichtung dieser Art stellt Ausführungsform III dar, bei der innerhalb des Gerätes eine Rückvermischung des Permeats mit dem Partikelkonzentrat stattfindet, wobei das Mengenverhältnis von permieierender zu überströmender Flüssigkeitsmenge über eine nadelventilartige Konstruktion reguliert werden kann. Bei einer Vorrichtung dieser Art wird also auf einer Seite eine zielsubstanzhaltige Partikelsuspension zugeführt und die an Zielsubstanz abgereicherte Partikelsuspension abgeführt. Zur vollständigen Adsorption der Zielsubstanz kann sie im Kreislauf betrieben werden.

Je höher die Konzentration der zu adsorbierenden Substanzen im Medium, desto höher wird die zweckmäßige Anzahl von Windungen des Adsorbermoduls gewählt. Generell gilt, daß, je kleiner die Windungszahl gewählt wird, auch kleinere Zylinderdurchmesser zweckmäßig sind, weil dadurch das Kernvolumen, also unproduktives Apparatvolumen klein gehalten werden kann.

Aus fertigungstechnischen Gründen wird eine untere Grenze der Windungszahl von 5 bevorzugt, eine ober Grenze von 150. Die ober Grenze des äußeren Zylinderdurchmessers liegt vorzugsweise bei 200 mm, die untere beträgt, beispielsweise bei Laboreinheiten, 5 mm. Auch das bevorzugte Verhältnis von innerem zu äußerem Zylinderdurchmesser kann in weiten Grenzen schwanken, nämlich zwischen 0,25 und 0,95.

Wenn sich auch in Einzelfällen extreme Dimensionierungen als zweckmäßig erweisen können, ist es im Rahmen der Erfindung möglich, für den Prozeßbereich ein breites Spektrum an Anwendungen mit einem Minimum an technischem Aufwand abzudecken. Das wird durch ein modulares, Baukastensystem erreicht, bei dem die Einzelkomponenten weitgehend austauschbar sind, und eine Reihe von Adsorbermodulen, deren Windungszahlen etwa im Verhältnis 1 : 2 abgestuft sind.

Beispielsweise können nach der Erfindung Adsorbermodule mit 15, 30 und 60 Windungen für den Einsatz in einheitlichen Gehäusen von 100 mm Innendurchmesser des Mantelrohres erstellt werden. Die beispielhafte Aufzählung soll jedoch keine Begrenzung der Erfindung dar.

Das hohlzylindrisch ausgebildete Adsorbermodul besteht außer dem Wickel mit mindestens einer Windung einer Adsorptionsmembran aus einer unteren und einer oberen Endkappe, einer Vergußmasse zum Einbetten der Adsorptionsmembran in die Endkappen und in einer bevorzugten Ausführungsform aus einem inneren und einem äußeren Stützelement.

Die aus Kunststoff bestehenden Endkappen sind an den offenen Enden des hohlzylindrisch ausgebildeten Adsorbermoduls befestigt und erstrecken sich quer dazu. Sie betten die Stirnseiten des Adsorbermoduls flüssig in eine Vergußmasse aus Kunststoff ein, wobei wenigstens eine der Endkappen ringförmig ausgebildet ist, vorzugsweise sind beide Endkappen ringförmig ausgebildet.

Die sich auf den Außenflächen befindlichen Stützelemente sind für Fluide durchlässig. Sie haben nicht nur die Aufgabe, die Membrane gegen hydraulische Druckunterschiede abzustützen, sondern geben dem Adsorbermodul auch die für die Handhabung, z. B. beim Einsetzen in das Gehäuse, erforderliche Steifigkeit. Im einfachsten Fall können durch Verschweißen von Geweben hergestellte Zylinder Verwendung finden. Auch das äußere Stützelement, das die Membran unter Betriebsbedingungen gegen den Innendruck abstützt, braucht nicht für den vollen auftretenden hydraulischen Druckunterschied ausgelegt zu sein, weil dieser zu einem wesentlichen Anteil von den einzelnen Windungen der Membrane aufgenommen wird. Das innere Stützelement weist unter Betriebsbedingungen überhaupt keine Druckbeanspruchung auf und könnte somit grundsätzlich auch entfallen. Im praktischen Betrieb erweist es sich jedoch als zweckmäßig, bei beginnender Verblockung der inneren Windung einen Rückspülschritt bei niedrigem Druck durchzuführen. In diesem Fall verhindert das innere Stützelement ein Kollabieren des Membranwickels.

Die Stützelemente sind vorzugsweise an beiden Enden etwas länger, als der Breite der Adsorptionsmembranbahn, aus der der Wickel gefertigt wird, entspricht (vorzugsweise etwa 2 bis 10 mm), so daß sie in der Vergußmasse verankert werden.

Als Werkstoffe für die Stützelemente kommen sowohl Kunststoffe (z. B. Polypropylen, Polyester, Polyamide, Polyurethane) als auch Metalle (z. B. korrosionsbeständige Edelstähle, insbesondere solche mit hoher Chloridbeständigkeit), in Frage.

Wird ein metallisches Stützelement verwendet, so wird vorzugsweise zusätzlich ein nichtmetallisches Distanzelement zwischen der Adsorptionsmembran und dem Stützelement eingesetzt, beispielsweise ein Kunststoffgewebe, um den direkten Kontakt zwischen Membran und Metall zu vermeiden. Es können sowohl Halbzeuge (Gewebe, Vliese, Lochbleche, Lochfolien) benutzt werden, die durch Verschweißen oder Verkleben zu Zylindern geformt werden, als auch Kunststoffformteile. Im Fall von Edelstahlgeweben werden Drahtstärken zwischen 0,2 und 0,5 mm bei Maschenweiten zwischen 0,3 und 1 mm bevorzugt. Bei Kunststoffgeweben werden Drahtstärken zwischen 0,5 und 1 mm bei Maschenweiten zwischen 1 und 2 mm bevorzugt. Bei Vliesen (z. B. Polypropylenvlies) liegt der bevorzugte Dickenbereich zwischen 0,2 und 1 mm.

Die Vergußmasse hat die Aufgabe, die Enden des Adsorptionsmembranwickels abzudichten und Stützelemente, Adsorptionsmembranen und Endkappen miteinander zu verbinden. Zur zuverlässigen Abdichtung ist es erforderlich, daß die Vergußmasse in flüssiger Form unter Druck mit den Stirnflächen des Adsorptionsmembranwickels in Kontakt kommt. Die Herstellung und das Eingießen des Wickels erfolgt unter Verwendung einer Wickelvorrichtung, Biegevorrichtung und Eingießvorrichtung.

Die Wickelvorrichtung besteht aus dem Wickelkern und zwei Seitenwangen A und B. Der Außendurchmesser von Seitenwange A entspricht dem Innendurchmesser des äußeren Stützelements, während Seitenwange B nur auf die Länge des überstehenden Teils des äußeren Stützelementes auf diesen Durchmesser abgedreht ist, so daß noch ein Anschlag bestehen bleibt. Auf den Wickelkern wird das innere Stützelement aufgesteckt, dann die Seitenwangen. Diese sind innen ausgedreht, um den überstehenden Teil des Stützelementes aufzunehmen. Der äußere Teil der Seitenwangen begrenzt die Position, die die Ränder des Adsorptionsmembranwickels einnehmen sollen. Nach strammem Aufwickeln der Adsorptionsmembran wird in der Regel das Ende der Bahn mit dem Wickel verklebt, beispielsweise durch punkt- oder linienförmiges Aufbringen der flüssigen Vergußmasse. Nun wird das äußere Stützelement über Seitenwange A bis zum Anschlag

auf Seitenwange B aufgeschoben.

Zur besseren Einbindung werden vorzugsweise in einem weiteren Arbeitsgang die Stützelemente verbogen, und zwar das äußere nach innen und das innere nach außen. Im Falle metallischer Stützelemente erfolgt das Biegen bei Raumtemperatur, bei Thermoplasten hingegen unter Erwärmung. Zum Biegen wird zuerst Seitenwange A durch die Biegevorrichtung ersetzt. Diese weist eine an beiden Flanken kegelig geformte Nut (Öffnungswinkel ca. 3-7°) auf, in die die überstehenden Enden der Stützelemente gedrückt werden, wodurch deren Verformung bewirkt wird.

Die Eingießvorrichtung ist ähnlich aufgebaut wie die Biegevorrichtung, doch weist die Nut einen geringeren Flankenwinkel (1-3°) auf. Außerdem ist die Nut tiefer und enthält einen Ring aus Stahl. Dieser kann durch 3-6 Schrauben, die über Gewinde im Boden der Nut eingeschraubt werden können, aus der Nut gedrückt werden und dient der Entformung nach Aushärten der Vergußmasse.

Die Nut der Eingießvorrichtung wird bis zum Rand mit der flüssigen Vergußmasse gefüllt und von unten her gegen den senkrecht stehenden Wickel geführt, beispielsweise durch Anziehen der Mutter. Als Vergußmasse kommen sowohl aushärtbare Gießharze wie Polyurethanharze, Epoxidharze und, besonders bevorzugt, Silikonkautschuk in Frage, als auch Thermoplaste wie z. B. Polypropylen. Sobald die Vergußmasse Kontakt mit dem Rand des Wickels hat, erkennt man Austreten über den Rand, wird das Anheben unterbrochen bzw. so langsam weitergeführt, daß kein nennenswerter Austritt von Vergußmasse erfolgt. Dadurch wird erreicht, daß die Vergußmasse nicht nur blasenfrei den Raum bis zu dem Adsorptionsmembranwickel erfüllt, sondern auch zwischen die Membranränder und in die Membranporen eintritt. Dieser Vorgang, der vermutlich nicht nur auf einen kleinen, wirksamen Überdruck, sondern auch auf Kapillarkräfte zurückzuführen ist, hat eine zuverlässige Abdichtung der Ränder zum Ergebnis. Sowohl die Stützelemente als auch der Membranwickel werden während dieses Arbeitsgangs durch die noch am Wickelkern befindliche Seitenwange B in Position gehalten.

Bei richtiger Bemessung der Menge an Vergußmasse, erreicht schließlich die Eingießvorrichtung den Anschlag am Wickelkern und man läßt die Vergußmasse aushärten, worauf in gleicher Weise das Eingießen auf der anderen Seite erfolgt. Nach der bereits beschriebenen Entformung erfolgt das Abziehen des Wickels vom Wickelkern und es werden die Endkappen aufgebracht. Wenn als Vergußmasse ein Siliconharz benutzt wurde, erfolgt die Abdichtung zwischen dem Wickel und den Endkappen vorzugsweise unter Verwendung des gleichen Harzes. Die Aushärtung dieser Verklebung erfolgt in einer Vorrichtung, die eine exakte Einhaltung der vorgesehenen Länge des Adsorbermoduls von Endkappe zu Endkappe ermöglicht.

Die Endkappen stellen die dichtende Verbindung zwischen Adsorptionsmembranwickel und Kern her. Die Abdichtung des inneren Ringkanals wird im Zusammenhang mit der Konstruktion des Kerns näher erläutert. Die obere Endkappe weist auf ihrer Innenseite vorzugsweise einen Steg auf, der in eine entsprechende Ausdehnung im Kern paßt. Dieser Steg dient einerseits der exakten Positionierung des Moduls auf Anschlag, außerdem überträgt er das Gewicht des Moduls auf den Kern. Das ist insbesondere dann von Bedeutung, wenn, wie in einer bestimmten Ausführungsform der Erfindung möglich, mehrere Adsorbermodule übereinander in einem Gehäuse angeordnet sind. In diesem Fall würde sonst das Gewicht sämtlicher Adsorbermodule auf den untersten einwirken, was die Gefahr einer Stauchung der inneren und äußeren Stützelemente mit sich brächte. Die obere Endkappe weist außerdem außen eine Nut zur Aufnahme eines Dichtelements (z. B. O-Ring) auf. Aufgabe dieser Dichtung ist nicht die Trennung von Medium und Permeat, denn diese erfolgt zwischen den Innenflächen der Endkappen und dem Kern. Die Abdichtung an dieser Stelle verhindert vielmehr, daß Permeat, Eluat oder Reinigungsmittel in den Spalt zwischen Endkappe und Deckelement (bzw. zwischen zwei Endkappen bei mehreren Modulen) eindringen und zu Kontaminationen führen kann.

Die Endkappen können prinzipiell auch in einem Arbeitsgang mit dem Eingießen der Membrane aus der Vergußmasse hergestellt werden. Wird hierfür ein elastischer, selbstdichtender Werkstoff, wie z. B. Silikonkautschuk, benutzt, können, wie für den Fachmann ersichtlich, einige Dichtelemente entfallen.

In einer bevorzugten Ausführungsform sind Adsorptionsmembranen mit unterschiedlichen Adsorptionseigenschaften in denselben Adsorbermodul untergebracht. Das ist für Anwendungen zweckmäßig, wenn beispielsweise mehrere Zielsubstanzen oder Kontaminanten gleichzeitig gebunden werden sollen. Dafür besteht erfindungsgemäß sowohl die Möglichkeit, zwei oder mehr Adsorptionsmembranen hintereinander aufzuwickeln, oder einen Doppel- oder Mehrfachwickel herzustellen, wobei die unterschiedlichen Membranen gleichzeitig aufgewickelt werden und somit abwechselnd durchströmt werden.

Vorteilhaft ist auch eine Ausführungsform der Erfindung, bei der Adsorptionsmembranen mit gleichen Adsorptionseigenschaften, aber unterschiedlichen Porositäten in einem Adsorbermodul vereinigt sind. Ein Grund dafür besteht darin, daß die günstigere Durchbruchcharakteristik feinporiger Adsorptionsmembranen ausgenützt und der Nachteil von deren niedrigerer Durchflußleistung minimiert werden soll. In diesem Fall ist auf der Anströmseite eine grobporige, auf der Abströmseite dagegen eine feinporige Adsorptionsmembran angeordnet.

Ein weiterer Grund für den Einsatz unterschiedlicher Membranporositäten kann darin bestehen, daß die Durchflußleistung der Adsorbermodule standardisiert werden soll. Die Gleichmäßigkeit der Durchflußleistung ist insbesondere bei Parallelschaltung mehrerer Adsorptionsmodule von entscheidender Bedeutung. Dieser Gesichtspunkt unterscheidet die Anforderungen an Adsorptionsmodule entscheidend von denen an übliche Permeationsmodule. Während beispielsweise bei der Parallelschaltung von Sterilpermeationseinheiten eine besonders hohe Durchflußleistung einer Einzeleinheit sich auf die Leistungsfähigkeit des Gesamtsystems nur positiv auswirken kann, sofern jede der parallel geschalteten Einheiten wirklich sterilfiltriert, liegen die Verhältnisse bei der Adsorption ganz anders. Wenn von mehreren, parallel geschalteten Adsorbermodulen eines bei gleicher Adsorptions- bzw. Bindungskapazität eine höhere Durchflußleistung aufweist, wird es vor den übrigen erschöpft, was zum Durchbruch der Zielsubstanz ohne Ausschöpfung der Adsorptionskapazität der übrigen Module führt.

Aus diesen Gründen ist es, wenn die zur Verfügung stehende Adsorptionsmembran nicht mit exakt gleichen Durchflußleistungen hergestellt werden kann zweckmäßig, durch Kombination von Membranchargen höherer und niedrigerer Durchflußleistung in den Einzelmodulen genau spezifizierte Durchflußleistungen der Adsorbermodule einzustellen.

In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung ist auf der Innenseite des Hohlzylinders des Adsorbermoduls ein Si-

cherheitsfilter angeordnete Sicherheitsfilter ist bevorzugt als austauschbares zylindrisch geformtes Sicherheitsfilter gestaltet. Als Material wird vorzugsweise die Adsorptionsmembran verwendet, aus der auch das Adsorbermodul aufgebaut ist. Unter Betriebsbedingungen, unter denen ein irreversibles Verblocken der Adsorptionsmembran auftreten kann, ist davon im allgemeinen praktisch ausschließlich die zuerst durchströmte Membranlage betroffen. Aus diesem Grund wird es generell bevorzugt, vor die erfindungsgemäße Vorrichtung eine Einfachlage der Adsorptionsmembran zu schalten, die leicht zu ersetzen ist. Dies kann jedoch, beispielsweise durch einen Bedienungsfehler versäumt werden, so daß die Gefahr besteht, daß ein Adsorbermodul durch irreversible Verblockung der inneren Windung unbrauchbar gemacht wird. Dies kann auch dadurch geschehen, daß zwar die erwähnte Vorfiltration erfolgt, jedoch hinter dem Vorfilter Kontaminanten im Rohrsystem entstehen, beispielsweise durch Koagulations- oder Korrosionsprozesse. Aus diesen Gründen wird erfindungsgemäß die Anwendung des erwähnten Sicherheitsfilters im Adsorbermodul selbst bevorzugt. Es soll deshalb bevorzugt dieselben Adsorptionseigenschaften wie das verwendete Adsorbermaterial haben, weil die erwähnten Koagulations- oder Korrosionsprodukte von einer Art sein können, daß sie durch inertes Filtermaterial nicht zurückgehalten werden können. Das aus dem adsorptionsfähigen Filtermaterial bestehende Sicherheitsfilter ist vorzugsweise als Membranschlauch ausgebildet, der durch Verschweißen oder Verkleben der Adsorptionsmembran hergestellt wird. Sein Durchmesser ist dem Innendurchmesser des inneren Stützelementes angepaßt und wird, lose in den Hohlzylinder eingesetzt, so daß es durch den Betriebsdruck an diesen angepreßt wird. Eine besondere Abdichtung an den Enden ist dabei nicht erforderlich. Der Vorteil des Sicherheitsfilters besteht darin, daß der Arbeitsaufwand, der mit seinem Austausch verbunden ist, derart gering ist, daß er in keinem Verhältnis steht zu dem Schaden, den ein unbrauchbar gewordener Adsorbermodul darstellen würde.

Der Außendurchmesser des Kerns bestimmt zusammen mit dem Innendurchmesser des Adsorbermoduls die Höhe des inneren Ringspalt. Er erfüllt generell die Aufgaben, das oder die Adsorbermodule im Gehäuse zu positionieren, das Volumen zur Reduzierung des Totvolumens zu verdrängen und das zugeführte Medium im Ringspalt zu verteilen.

In der Ausführungsform II kommt die Aufgabe hinzu, die Boden- und Deckelemente mechanisch zu verbinden und die axialen Dichtkräfte zu aufzunehmen.

In der Ausführungsform I kommt als weitere Aufgabe, sofern sich noch weitere, parallelgeschaltete Adsorbermodule dahinter befinden, hinzu, das Medium zu den dahinter befindlichen Adsorbermodulen weiter zu leiten.

Bei Ausführungsform I sind somit zwei unterschiedliche Bauformen des Kerns zu unterscheiden, je nach dem, ob sich dahinter noch weitere Adsorbermodule befinden, oder nicht. Im ersteren Fall weist er als Verlängerungskern an beiden Enden Kanäle, beispielsweise in Form von Bohrungen, zum Durchtritt des Mediums auf, im letzteren Fall nur am oberen Ende.

Es ist aber nicht unbedingt erforderlich, daß im praktischen Einsatz als letzter Kern ein solcher ohne Bohrungen am unteren Ende eingesetzt wird, denn in der Bodenplatte (s. u.) ist eine Nut vorgesehen, in die ein Dichtelement, beispielsweise ein O-Ring eingelegt werden kann. Diese Nut ist bedeutungslos, wenn ein Kern ohne Durchflußbohrungen für das Medium am unteren Ende eingesetzt wird. Steht aber beispielsweise ein solcher Kern nicht zur Verfügung, kann bei Einlegung des O-Rings auch ein Verlängerungskern verwendet werden.

Das bedeutet, daß es für die Unrüstung einer technischen Anlage nach Ausführungsform I für einen anderen Adsorbermodultyp ausreicht, die Adsorbermodule und die Kerne zu ersetzen, die Mantelrohre, Boden- und Deckplatten hingegen beibehalten werden können.

Der Kern kann sowohl aus Vollmaterial gefertigt als auch als für Fluide undurchlässiger Hohlkörper ausgeführt werden. Als Werkstoffe bieten sich dieselben an, aus denen auch die Endkappen gefertigt werden können, nämlich beispielsweise Polyacetale, Polypropylen und Polyamide. Polyacetale werden bevorzugt.

Der Innendurchmesser des Mantelrohres bestimmt zusammen mit dem Außendurchmesser des Adsorbermoduls die Höhe des äußeren Ringspalt. Die generelle Aufgabe des Mantelrohres ist die Sammlung des Permeats. In der Ausführungsform I kommen die mechanische Verbindung des Boden- und Deckelementes und die Aufnahme der axialen Dichtkräfte hinzu.

Bei Ausführungsform I werden vorzugsweise Mantelrohre aus Edelstahl mit Klemm-Verbindungen (Clamp-Verbindungen) und O-Ringdichtung oder Flanschverbindungen mit dem Boden- und Deckelement verwendet. Wesentlich bei der Verbindung ist der mechanische Kontakt zwischen dem Mantelrohr und dem Boden- bzw. Deckelement, um geometrisch definierte Verhältnisse zu gewährleisten. Klemmverbindungen mit Flachdichtungen, bei denen eine ungleichmäßige Kompression der Dichtung auftreten kann, sind nicht geeignet. Das Baukastensystem der Ausführungsform I ermöglicht es auf einfache Weise, vorhandene Mantelrohre durch Verwendung von Verlängerungsstücken für eine größere Anzahl von Modulen aufzurüsten.

Durch das Bodenelement wird über etwa 3-8 Kanälen, beispielsweise in Form von Bohrungen, eine weitgehend rotationssymmetrische Abfuhr der Flüssigkeit zu dem axial angeordneten Leitungsanschluß, der vorzugsweise als angeformter Klemmanschluß ausgebildet ist, bewirkt.

Das Deckelement weist ebenfalls vorzugsweise einen axialen Klemmanschluß auf und, bei den bevorzugten Ausführungsformen, eine Entlüftungsöffnung für den äußeren Ringspalt.

Obwohl für die Entlüftung jede dafür geeignete Armatur (z. B. eine einfache Entlüftungsschraube) eingesetzt werden kann, wird die Verwendung eines einschraubbaren Rückschlagventils mit oder ohne Federbelastung bevorzugt, wobei das Dichtelement unmittelbar in einer entsprechenden Bohrung des Deckelementes angeordnet ist. In der Ableitung des Rückschlagventils ist ein Sperrorgan angebracht. Wenn dieses geöffnet wird, wird der äußere Ringspalt durch den in der Vorrichtung herrschenden Überdruck entlüftet. Der Vorteil des Rückschlagventiles besteht dabei einerseits darin, daß die Abdichtung unmittelbar im Deckelement erfolgt und ein Totraum, der zu Kontaminationen führen kann, vermieden wird. Andererseits ist es dadurch auch möglich, mehrere parallelgeschaltete Module, bei denen die Ableitungen der Rückschlagventile miteinander verbunden sind, über ein gemeinsames Ventil zu entlüften. Das ist insbesondere für automatisch arbeitende Anlagen von Bedeutung, bei denen die Entlüftung über einen Prozeßrechner gesteuert wird.

Für eine Entlüftung des äußeren Ringspalt ist deshalb zu sorgen, weil Luft im äußeren Ringspalt zu einer im unteren Bereich höheren hydrostatischen Druckdifferenz zwischen innerem und äußerem Ringspalt führen würde mit der Folge

eines dort erfolgenden vorzeitigen Durchbruchs der Zielsubstanz.

Über die Entlüftungsöffnung ist es auch möglich, den oberen Bereich des äußeren Ringspaltes zu durchspülen. Um den Flüssigkeitsstrom in diesem Fall über den ganzen äußeren Ringspalt möglichst gleichmäßig zu verteilen, ist eine umlaufende Rinne im Deckelelement vorgesehen. Die Spülbarkeit des oberen Teils des Ringspaltes ist deshalb von Bedeutung, weil die Flüssigkeit in diesem Bereich unter Betriebsbedingungen keine Zwangsströmung aufweist. Insbesondere nach Reinigung des Adsorbers mit aggressiven Medien ist es zweckmäßig, über die Entlüftungsöffnung mit Spülpuffer im Bypass zu spülen. Auch das kann bei einer automatischen Anlage über das Steuerprogramm erfolgen.

Zum anderen wird die Aufgabe der Erfindung durch eine Verwendung der erfindungsgemäßen Vorrichtungen gelöst, bei der das wickelförmig ausgebildete Adsorbermodul der erfindungsgemäßen Vorrichtung radial von innen nach außen mit dem Medium unter Einwirkung einer Druckdifferenz durchströmt wird. Unerwartet wurde gefunden, daß bei dieser Verfahrensweise eine höhere Durchflußleistung und eine höhere Beständigkeit gegen den Arbeitsdruck erreicht werden als bei der Durchströmung der Vorrichtung von außen nach innen. Die Vorrichtung wird dabei vorzugsweise mit senkrecht stehender Zylinderachse betrieben.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß beim Betreiben der Vorrichtung mit senkrecht stehender Zylinderachse und Zufuhr des Mediums von oben das Eluat, das infolge einer hohen Konzentration an desorbierter Zielsubstanz sowie eines hohen Gehaltes des Elutionsmittels an Elektrolyten eine hohe Dichte aufweist, leichter nach unten abströmen kann. Die Zufuhr des zu filtrierenden Mediums und die Abfuhr des Permeats erfolgen vorzugsweise an entgegengesetzten Enden der Vorrichtung.

Zur Inbetriebnahme der Vorrichtung wird sie zuerst von unten mit Flüssigkeit gefüllt und der äußere Ringspalt über eine in der Deckeleinheit befindliche Entlüftungseinrichtung, zum Beispiel in Gestalt einer Entlüftungsschraube, entlüftet. Es ist aber auch möglich, die Vorrichtung so auszugestalten, daß die Zufuhr des Mediums in den inneren Ringkanal von unten her erfolgt. In diesem Fall ist die Entlüftungsöffnung in der Deckeleinheit mit dem inneren Ringkanal verbunden.

Die Erfindung ermöglicht es auch, die erfindungsgemäßen Adsorbermodule und Vorrichtungen für den Aufbau von Anlagen zur adsorptiven Stofftrennung zu verwenden, die sich durch eine hohe Flexibilität auszeichnen. Auf der Grundlage der Ausführungsform I werden auf zwei Wegen Möglichkeiten zur Parallelschaltung erfindungsgemäßer Adsorbermodule oder Vorrichtungen geschaffen, nämlich durch Parallelschaltung mehrerer Einzelmodule in einem Mantelrohr oder durch Parallelschaltung mehrerer gleichartig bestückter Mantelrohre.

Bei der Parallelschaltung mehrerer gleichartig bestückter Mantelrohre ist auf eine symmetrische Flüssigkeitszu- und -abfuhr zu achten, wobei Kreuzstücke in den Rohrleitungen bei der Zu- und Abfuhr bevorzugt werden.

Während die Parallelschaltung von Adsorbermodulen den Durchbruch der Zielsubstanz grundsätzlich nur verschlechtern kann (Ungleichmäßigkeiten in der Durchflußleistung oder der Bindungskapazität haben zur Folge, daß der Durchbruch nicht bei allen Modulen gleichzeitig erfolgt), führt die Serienschaltung grundsätzlich zu einer Verbesserung des Durchbruchverlaufs.

Größere Anlagen lassen sich vorzugsweise durch eine Kombination von Parallel- und Serienschaltung realisieren. Bei Anwendung eines bevorzugten Systems von Modulen mit Abstufungen der Windungszahlen im Verhältnis 1 : 2 ergeben sich dabei besonders vorteilhafte Möglichkeiten. Wenn beispielsweise in der ersten Stufe n Adsorbermodule mit 60 Windungen an Adsorptionsmembranen parallel geschaltet werden, in der zweiten Stufe $n/2$ Module mit 30 Windungen und in einer dritten Stufe $n/4$ Module mit 15 Windungen, ist der Druckabfall in allen drei Stufen annähernd gleich und die Bindungskapazität der folgenden Stufen ist jeweils ein Viertel der vorhergehenden. Dadurch, daß die bei schleichendem Durchbruch infolge der erwähnten Ungleichmäßigkeiten durchgetretene Zielsubstanz von der folgenden Stufe aufgefangen wird, kann die dynamische Kapazität (also die Bindungskapazität, die bis zu einer bestimmten Konzentration an Zielsubstanz im Permeat genutzt werden kann), wesentlich erhöht werden. Der besondere Vorteil der erwähnten Abstufung liegt dabei darin, daß sich der Druckabfall auf die einzelnen Stufen gleichmäßig verteilt.

Bei der beschriebenen Abstufung der Einzelkomponenten trägt die letzte Stufe nur einen relativ geringen Anteil zur Gesamtkapazität der Anlage bei, was für den insgesamt nutzbaren Anteil der Gesamtkapazität von Vorteil ist. Wenn der Durchbruch bei einer Stufe dann auftritt, wenn sie beispielsweise zu 80% beladen ist, beträgt die nicht nutzbare Kapazität 20% der installierten Kapazität. Bei einer zweistufigen Anlage in der oben genannten Abstufung weist die zweite Stufe 20% der Gesamtkapazität auf, die erste Stufe ist zu 100%, die zweite Stufe zu 80% nutzbar, so daß von der insgesamt installierten Kapazität nur mehr 4% nicht nutzbar sind. Bei einer dreistufigen Anlage reduziert sich der nicht nutzbare Anteil auf 1% (77,1% der Gesamtkapazität in der ersten, 19,1% in der zweiten und 4,8% in der letzten Stufe, von der 20% nicht nutzbar sind).

Zur Verbesserung des Durchbruchverhaltens durch Serienschaltung werden im Fall mehrerer parallelgeschalteter Mantelrohre in der vorhergehenden Stufe die Permeatströme vereinigt, bevor sie der nächsten Stufe zugeführt werden.

Eine besonders bevorzugte Form der Serienschaltung wird hier als Tandemanlage bezeichnet. Das Prinzip beruht auf der Tatsache, daß der Durchbruch der Zielsubstanz bei einem Adsorber erst in der letzten Phase der Beladung eintritt und die Serienschaltung daher erst dann Vorteile bringt. Erfindungsgemäß werden zwei identische Stufen A und B eingesetzt, wobei zyklisch entweder jeweils gerade eine beladen und die andere eluiert bzw. regeneriert wird, oder beide in Serie betrieben werden. Der Ablauf ist dabei im einzelnen folgender. Die Stufe A wird mit dem Medium beladen. Bevor die Zielsubstanz im Permeat durchbricht, wird es auf die frisch regenerierte Stufe B umgeschaltet. Sobald Stufe A vollständig beladen ist, wird restliches Medium mit Puffer aus Stufe A in Stufe B gespült und anschließend die so vorbeladene Stufe B direkt mit Medium beaufschlagt, während Stufe A eluiert wird, womit der Anfangszustand mit vertauschten Stufen wieder erreicht ist. Bei Steuerung durch einen Prozeßrechner lassen sich auf diese Weise, insbesondere unter Verwendung der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit Adsorptionsmembranen, sehr kurze Zykluszeiten und damit sehr hohe Anlagenproduktivitäten erreichen.

Eine derartige Anlage setzt den Einsatz einer Vielzahl von Absperr- und Umschaltarmaturen voraus, wobei deren Bauart einen erheblichen Einfluß auf die Effektivität des Gesamtprozesses hat. Besonders nachteilig kann sich das Vorhandensein von toten (also nicht durchspülten) Leitungsteilen auswirken. Erfolgt beispielsweise die Umschaltung von einer

Flüssigkeit auf die andere, als zwar prinzipiell auch unter Verwendung eines Stücks mit zwei getrennten Absperrorganen möglich, doch bleibt stets ein nicht durchspültes Leitungsteil übrig, aus dem heraus die nachfolgende Flüssigkeit durch die vorübergehende Kontaminierung wird. Die Marc Valve Corporation (Tewksbury, Massachusetts) hat ein System von Membranventilen auf den Markt gebracht, die in einer einzelnen Baueinheit eine Vielzahl von Funktionen vereinigen (bis zu 6 Zugänge mit einem Abgang, Bypass-Ventile und Ventile zur Strömungsumkehr) und die ein vernachlässigbares Totvolumen aufweisen. Diese oder gleichwertige Armaturen werden erfindungsgemäß besonders bevorzugt eingesetzt.

Die Erfindung wird nachstehend anhand der Fig. 1a bis 14 bis und der Ausführungsbeispiele näher erläutert.

Dabei zeigt:

10 Fig. 1a schematisch einen Vertikalschnitt durch eine erfindungsgemäße Vorrichtung in der Ausführungsform I.

Fig. 1b schematisch einen Vertikalschnitt durch ein Verbindungsstück für die Serienschaltung von zwei Adsorbermodulen in einer erfindungsgemäßen Vorrichtung nach der Ausführungsform I.

Fig. 2a bis c schematisch einen Vertikalschnitt durch erfindungsgemäße Vorrichtungen in der Ausführungsform II bei drei verschiedenen Windungszahlen des Adsorbermoduls.

15 Fig. 3a schematisch einen Vertikalschnitt durch eine erfindungsgemäße Vorrichtung in der Ausführungsform I mit zwei in einem gemeinsamen Mantelrohr parallelgeschalteten Adsorbermodulen mit gleichen Windungszahlen.

Fig. 4a bis c schematisch einen Vertikalschnitt durch erfindungsgemäße Adsorbermodule mit verschiedenen Windungszahlen.

20 Fig. 5a bis d schematisch einen Vertikalschnitt durch erfindungsgemäße Vorrichtungen in der Ausführungsform II mit unterschiedlichen Adsorbermodullängen.

Fig. 6a bis b schematisch einen Vertikalschnitt durch erfindungsgemäße Vorrichtungen mit zwei und drei in Serie geschalteten Adsorbermodulen gemäß Ausführungsform II.

Fig. 7 schematisch einen Vertikalschnitt durch eine erfindungsgemäße Vorrichtung in der Ausführungsform II.

25 Fig. 8a bis c schematisch verschiedene Möglichkeiten zur dreistufigen Serienschaltung von erfindungsgemäßen Vorrichtungen nach Ausführungsform I.

Fig. 9a bis c schematisch den äußeren Aufbau bei der dreistufigen Serienschaltung von erfindungsgemäßen Vorrichtungen nach Ausführungsform II.

Fig. 10 schematisch einen Vertikalschnitt durch eine Wickelvorrichtung zur Fertigung erfindungsgemäßer Adsorbermodule.

30 Fig. 11a schematisch einen Vertikalschnitt durch eine Biegevorrichtung zur Fertigung erfindungsgemäßer Adsorbermodule.

Fig. 11b schematisch einen Vertikalschnitt durch eine Eingießvorrichtung zur Fertigung erfindungsgemäßer Adsorbermodule.

Fig. 12 schematisch einen Vertikalschnitt durch eine erfindungsgemäße Vorrichtung in der Ausführungsform III.

35 Fig. 13a bis c die schematischen Darstellungen eines Fließschemas einer erfindungsgemäßen Tandemanlage und

Fig. 14a bis c graphisch die Beziehungen zwischen dimensionslosen Widerstandsparameter A und Drucken in den Ringspalten sowie der Adsorptionskapazität der erfindungsgemäßen Vorrichtung.

Die Bedeutung der Bezugszeichen ist der Liste der Bezugszeichen zu entnehmen.

Bei der in Fig. 1a dargestellten Ausführungsform I der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist ein Bodenelement 7 durch 40 Verschrauben über Montagegewinde 24 mit einem Tragegerüst verbunden und ein Kern 15, der als Basiskern fungiert, mit seiner unteren Ausnehmung auf ein Zentrierungszyylinder 26 des Bodenelements gesteckt. Ein Adsorbermodul 45 ist von oben so auf den Kern 15 gesteckt, daß ein Steg 27 einer oberen Endkappe 5 in der Ausnehmung an Kern 15 auf Anschlag kommt.

Die Bezugszeichen 28-31 stellen Verbindungsflansche dar. Ihre Konstruktion ist in Fig. 1a nicht im Detail ausgeführt. 45 Vorzugsweise handelt es sich dabei um Verbindungen, die unter der Bezeichnung "Aseptic-Verbindungen" bekannt sind und durch eine speziell geformte O-Ring-Nut ein Minimum an nicht durchströmtem Spalt aufweisen. Sie können sowohl als echte Flansche ausgeführt sein, vorzugsweise sind jedoch "Aseptic-Clamp-Verbindungen" vorgesehen. Derartige Verbindungen erlauben durch metallischen Kontakt eine geometrisch besonders präzise Verbindung der Bauteile die insbesondere für die einwandfreie Wirksamkeit von Diffusionshemmdichtungen 21 erforderlich ist.

50 Ein Mantelrohr 9 ist über den Verbindungsflansch 29 mit dem Verbindungsflansch 28 des Bodenelementes 7 verbunden. Drauf ist ein Deckelement 8 mit montierter Ausgleichseinheit 17 und gelockter Anpreßschraube 18 aufgesetzt. Nach Befestigen der Verbindungsflansche 30 und 31 wird die Anpreßschraube 18 eines Ausgleichselementes 17 angezogen. Das Ausgleichselement 17 dient dazu, den für die Wirkung der Diffusionshemmdichtungen 21 erforderlichen axialen Dichtungsdruck auch bei unvermeidlichen Fertigungstoleranzen in der Länge des Kerns und des Mantelrohrs zu gewährleisten. Diese Dichtungen haben keiner Druckbeanspruchung standzuhalten, weil die Abdichtung des in einem inneren Ringspalt 10 gegenüber des in einem äußeren Ringspalt 11 höheren hydrostatischen Drucks von einer unteren 55 Abdichtung 19 des inneren Ringspalts, einer oberen Abdichtung 20 des inneren Ringspalts und einer Kernabdichtung 22 bewirkt wird. Die Diffusionshemmdichtungen 21 haben vielmehr die Aufgabe, das Eindiffundieren von Flüssigkeit in den Spalt zwischen oberer Endkappe 5, dem Kern 15 und dem Ausgleichselement 17 bzw. zwischen einer unteren Endkappe 6, dem Kern 15 und dem Bodenelement 7 zu verhindern.

60 Anstelle der Anpreßschraube 18 kann auch, wie im Zusammenhang mit Fig. 1b im Detail beschrieben, Preßluft zum Aufbringen der axialen Dichtungskraft eingesetzt werden, wobei das Ausgleichselement 17 im Prinzip aus Pneumatik-Zylinder ausgeführt ist. Diese Variante wird insbesondere für größere Anlagen bevorzugt, bei denen eine Vielzahl von Einzelrohren betrieben werden, die dann gleichzeitig mit Preßluft beaufschlagt werden können. Ein weiterer Vorteil ergibt sich, wenn beim Betrieb der Vorrichtung unterschiedliche Temperaturen auftreten, beispielsweise bei Verwendung 65 heißer Reinigungsmedien. Das pneumatische Aufbringen der axialen Dichtungskraft ist dann in der Lage, die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten des Mantelrohrs und des Kerns auszugleichen. Eine weitere Möglichkeit, dies zu erreichen, besteht darin, zwischen der Anpreßschraube 18 und dem Ausgleichselement 17 ein federndes Element vor-

zusehen.

Nach Aufbau der Vorrichtung werden an einem axialen Anschluß 12 für die Zufuhr des Mediums und einem axialen Anschluß für die Abfuhr von Permeat 13 Rohrverbindungen und Armaturen angeschlossen. Die Anschlüsse 12 und 13 sind vorzugsweise für eine gebräuchliche Art der Rohrverbindung vorbereitet, beispielsweise eine Clamp-Verbindung. Zur Entlüftung der Vorrichtung wird zunächst über den Anschluß 13 ein Spülmedium, beispielsweise ein Puffer, zugeführt und eine Entlüftungseinrichtung 16 solange geöffnet, als Luft kommt. Dann wird sie geschlossen und die Zufuhr des Spülmediums solange fortgesetzt, bis auch der Anschluß 12 mit Flüssigkeit gefüllt ist. Nun kann die Beladung des Adsorbers mit Medium von dem Anschluß 12 her erfolgen, wobei der Eintrag von Luft zu vermeiden ist. Dazu wird zweckmäßigerweise eine Luftabscheidung im Rohrsystem vorgesehen.

Zu den sonstigen vorzugsweise beim Betrieb der Vorrichtung eingesetzten Armaturen zählt ein nach dem Anschluß 13 angebrachtes Rückstauventil. Dieses bewirkt, daß sich das Medium in der Vorrichtung unter Betriebsbedingungen stets unter einem gewissen Überdruck befindet, der vorzugsweise bei 0,2 bis 0,7 bar liegt. Dadurch wird der Abscheidung von Gasblasen in den Poren der Adsorptionsmembranen vorgebeugt. Ohne Überdruck besteht die Gefahr, daß in Fällen, in denen das Medium eine Übersättigung an gelösten Gasen aufweist, sich diese in den Poren akkumulieren und schließlich sowohl die Durchflußleistung als auch die Adsorptionskapazität der Vorrichtung beeinträchtigen. Für eine ohne Rückstauventil störende Übersättigung des Mediums an gelösten Gasen reicht es schon aus, wenn sich beispielsweise das bei Raumtemperatur mit Luft gesättigte Medium während des Betriebes, beispielsweise durch Unpumpen, erwärmt.

Das Medium strömt von dem Anschluß 12 durch Verteilungskanäle 14 über eine Verteilungsschräge 32 in den inneren Ringspalt 10. Die Verteilungsschräge bewirkt die weitgehend rotationssymmetrische Strömungsverteilung des Mediums und dadurch eine gleichmäßige Druckverteilung. Nach radialer Durchströmung des Mediums durch eine Adsorptionsmembran 1 strömt das Permeat durch den äußeren Ringspalt 11 über ebenfalls mit einer Verteilungsschräge versehene Verteilungskanäle 34 zum Anschluß 13. Eine Verteilungsrinne 33 hat die Aufgabe, den Flüssigkeitsstrom aus dem äußeren Ringspalt 11 zu verteilen, wenn die Entlüftungseinrichtung 16 zur Spülung des oberen Bereichs des äußeren Ringspals 11 benutzt wird. Eine O-Ring-Nut 35 hat im Normalfall keine Bedeutung. Sie ermöglicht es jedoch, anstelle des Kerns 15 auch einen Verlängerungskern 36 einzusetzen (Fig. 3).

Die erfindungsgemäßen hohlzylindrisch ausgebildeten Adsorbermodule 45 (Fig. 4a bis 4c) bestehen aus Wickeln mit einer unterschiedlichen Anzahl von Windungen der Adsorptionsmembran 1, aus der unteren 6 und der oberen Endkappe 5, der Vergußmasse 4 zum Einbetten der Adsorptionsmembran in die Endkappen und in einer bevorzugten Ausführungsform aus einem inneren 3 und einem äußeren Stützelement 2, welche für Flüssigkeiten durchlässig sind.

Die aus Kunststoff bestehenden Endkappen 5 und 6 sind an den offenen Enden des hohlzylindrisch ausgebildeten Adsorbermoduls befestigt und erstrecken sich quer dazu. Sie betten die Stirnseiten des Adsorbermoduls fluidicht in die Vergußmasse 4 aus Kunststoff ein.

In Fig. 3 ist die Vorrichtung nach Ausführungsform I dargestellt, bei der sich zwei Einzeladsorbermodule strömungstechnisch parallel geschaltet in einem gemeinsamen Mantelrohr 9 befinden. (In dieser Darstellung ist das Deckelement 8 zur Vereinfachung ohne die Ausgleichseinheit dargestellt.) Anstelle des hier dargestellten einteiligen Mantelrohres 9 ist es auch möglich, das Mantelrohr aus mehreren Teilen zusammenzusetzen, was insbesondere bei mehr als 2 Adsorbermodulen in einem Rohr eine vereinfachte Handhabung darstellt. Die beiden Adsorbermodule sind mit dem in Fig. 1 dargestellten Adsorbermodulen identisch. Als einziges unterschiedliches Bauteil kommt der Verlängerungskern 36 hinzu, der sich von dem Kern 15 als Basiskern nur im unteren Teil unterscheidet, nämlich durch das Vorhandensein von Durchführungs Kanälen 38. Sie ermöglichen den Durchtritt des Mediums aus dem inneren Ringkanal 10 des oberen Adsorbermoduls in den inneren Ringkanal 10 des unteren Adsorbermoduls. Der äußere Ringkanal 11 ist für beide Module gemeinsam vorhanden. Dargestellt sind auch Distanzstege 39, die beim Einsatz mehrerer Module in einem Rohr zweckmäßig sind. Sie können an die obere Endkappe 5 angeformt sein oder an einer Vergußmasse 4, was sich durch eine entsprechende Eingießform bewerkstelligen läßt. Ihre Aufgabe ist die seitliche Abstützung der Adsorbermodule am Mantelrohr, um ein Verkippen zu vermeiden.

Bei der in Fig. 7 dargestellten Ausführungsform II ist das Adsorbermodul 45 im Aufbau identisch mit dem von Ausführungsform I. Der Kern 15 ist durch ein unten befindliches Innengewinde 47 über eine Kernverlängerung 48 mit einem Außengewinde 46 des Bodenelements 7 verbunden. Die Kernverlängerung 48 kann unterschiedliche Längen aufweisen, so daß Module unterschiedlicher Längen eingesetzt werden können. Entsprechend unterschiedliche Längen weist das Mantelrohr 9 auf. Die Dimensionen der Kernverlängerungen 48, des Bodenelements 7, des Kerns 15 und der Mantelrohre 9 sind so gewählt, daß Adsorbermodule in den Längenabstufungen von beispielsweise 50, 25, 12,5 und 6,25 eingesetzt werden können, wobei für die kürzeste Einheit die Kernverlängerung 48 wegfällt und der Kern 15 direkt mit dem Bodenelement 7 verschraubt wird. Der Kern 15 weist oben ein Außengewinde 43 auf, auf das ein Anschlußstück 44 aufgeschraubt ist, das das Deckelement 8 fixiert. Zwischen Bodenelement 7 und Deckelement 8 wird dadurch das Mantelrohr 9 eingeklemmt wodurch der äußere Ringspalt mit Hilfe von Mantelrohrdichtungen 49 und 50 nach außen abgedichtet wird. Ein Stift 52, der in der im Deckelement 8 befindlichen Nut 53 eingreift, verhindert ein Verkippen beim Festschrauben von Anschlußstück 44 auf Gewinde 43. Der Steg 27 der oberen Endkappe 5 ist zwischen dem Deckelement 8 und dem Kern 15 eingeklemmt, wodurch die Anpreßkraft für die Diffusionshemmdichtung 21 aufgebracht wird.

Das Permeat unströmt die untere Endkappe 6 und wird über die Verteilungsbohrungen 34 abgeführt. Die Nut der unteren Mantelrohrdichtung 50 weist auf der Innenseite Durchbrüche 51 auf, um eine Ansammlung spezifisch schwerer Flüssigkeiten in der Dichtungsnut zu vermeiden. Die Diffusionshemmdichtungen 52 verhindern ein Eindringen von Flüssigkeit in die Gewinde 46 und 47, wodurch Kontaminationen vermieden werden.

Das gesamte System von Ausführungsform II besteht nicht nur aus den bereits beispielhaft genannten vier Längenabstufungen, sondern beispielsweise auch aus mehreren, vorzugsweise drei, Abstufungen der Windungszahlen der Adsorptionsmembranen 1 der wickelförmig ausgebildeten Adsorbermodule 45, wie sie in Fig. 2a-c beispielhaft dargestellt sind, die auch bei Ausführungsform I eingesetzt werden. Das Anschlußstück 44, das Deckelement 8 und die Mantelrohre 9 sind für die dargestellten drei Windungszahlen gleich. Insgesamt handelt es sich also um ein Baukastensystem, das in diesem Fall die Zusammenstellung von 12 verschiedenen Konfigurationen mit einem Minimum an unterschiedlichen

Bauteilen erlaubt. So können beispielsweise 50 cm-Module, oder solche mit anderen Längen, sowohl in der Vorrichtung nach Ausführungsform I als auch II eingesetzt werden. Da bei der Auslegung der Ringspalte Wert darauf gelegt wurde, daß sie ohne unzulässigen Druckabfall den Einsatz von mindestens 3 Einheitsmodulen in einer Vorrichtung nach Ausführungsform I erlauben (bei Einsatz der Adsorbermodule mit 60 Windungen können prinzipiell auch 5 Module in einem Einzelrohr eingesetzt werden), ergibt sich ein außerordentlich weiter Größenbereich von strömungstechnisch identischen Vorrichtungen, die zuverlässige Vorstudien beim Scale-up technischer Prozesse ermöglicht. Die Verhältnisse für die beispielhaft genannte Kombination sind in der nachstehenden Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1

Windungszahl	Ausführungsform II Fläche Einzelmodul 6,25 cm	Ausführungsform I Fläche 3 Module 50 cm
15	0,25 m ²	6 m ²
30	0,5 m ²	12 m ²
60	1 m ²	24 m ²

Das genannte System ist natürlich nicht auf die beispielhafte Kombination von vier Längenabstufungen und drei Abstufungen der Windungszahlen beschränkt.

In Fig. 6 und 9 ist die Serienschaltung von Einzelmodulen nach Ausführungsform II dargestellt, in Fig. 8 verschiedene Formen der Serienschaltung von 4 Modulen mit 60 Windungen, 2 Modulen mit 30 Windungen und einem Modul mit 15 Windungen. In Fig. 8c sind die letzten beiden Stufen unter Verwendung eines besonderen Verbindungsstückes zwischen den Mantelrohren geschaltet, das die direkte Verbindung der beiden Stufen ermöglicht.

Dieses Verbindungsstück ist in Fig. 1b im Detail dargestellt. Der Körper 40 ist in seinem oberen Teil als Boden-, im unteren Teil als Deckelement ausgeführt und wird über den Verbindungsflansch 28 mit dem oberen und den Verbindungsflansch 31 mit dem unteren Mantelrohr verbunden. Durch die Verteilungskanäle 34, die in Form von Bohrungen vorliegen können, wird das Permeat der vorhergehenden (oberen) Stufe aus deren äußerem Ringspalt dem inneren Ringspalt der folgenden (unteren) Stufe zugeführt. Eine Entlüftungseinheit 16 ist hier seitlich angeordnet. Der Anpreßdruck für die Ausgleichseinheit 17 wird pneumatisch über den Preßluftanschluß 42 aufgebracht. Der mit Preßluft beaufschlagte Bereich zwischen dem Körper 40 und der Ausgleichseinheit 17 wird durch die Dichtelemente 23 und 41 abgedichtet.

Die Wickelvorrichtung (Fig. 10) besteht aus dem Wickelkern 54 und zwei Seitenwangen 55 und 55'. Der Außendurchmesser von Seitenwange 55 entspricht dem Innendurchmesser des äußeren Stützelementes, während Seitenwange 55' nur auf die Länge des überstehenden Teils des äußeren Stützelementes auf diesen Durchmesser abgedreht ist, so daß noch ein Anschlag bestehen bleibt. Auf den Wickelkern 54 wird das innere Stützelement 3 aufgesteckt, dann die Seitenwangen 55 und 55'. Diese sind innen ausgedreht, um den überstehenden Teil des Stützelementes 3 aufzunehmen. Der äußere Teil der Seitenwangen begrenzt die Position, die die Ränder des Adsorptionsmembranwickels einnehmen sollen. Nach strammem Aufwickeln der Adsorptionsmembran wird in der Regel das Ende der Bahn mit dem Wickel verklebt. Das äußere Stützelement 2 über Seitenwange 55 bis zum Anschlag auf Seitenwange 55' aufgeschoben.

Zur besseren Einbindung können in einem weiteren Arbeitsgang die Stützelemente 2, 3 verbogen werden, und zwar das äußere 2 nach innen und das innere 3 nach außen (Fig. 11a). Im Falle metallischer Stützelemente erfolgt das Biegen bei Raumtemperatur, bei Thermoplasten hingegen unter Erwärmung. Zum Biegen wird zuerst Seitenwange 55 durch die Biegevorrichtung 56 ersetzt. Diese weist eine an beiden Flanken kegelig geformte Nut (Öffnungswinkel ca. 3-7°) auf, in die die überstehenden Enden der Stützelemente gedrückt werden, wodurch deren Verformung bewirkt wird.

Die Eingießvorrichtung 57 (Fig. 11b) ist ähnlich aufgebaut wie die Biegevorrichtung, doch weist die Nut einen geringeren Flankenwinkel (1-3°) auf. Außerdem ist die Nut tiefer und enthält einen Ring 58 aus Stahl. Dieser kann durch 3-6 Schrauben, die über Gewinde 59 im Boden der Nut eingeschraubt werden können, aus der Nut gedrückt werden und dient der Entformung nach Aushärten der Vergußmasse 4.

In Fig. 12 ist eine Variante der Ausführungsform III für den Crossflow-Betrieb dargestellt, bei der gegenüber Ausführungsform II nur das Bodenelement 7 verändert ist. In dem veränderten Bodenelement 7 befinden sich radiale Verbindungskanäle 60 vom inneren Ringspalt 10 zu einer axialen Bohrung 61, die durch einen Dichtkegel 62 verschließbar oder teilweise zu öffnen ist. Der Dichtkegel 62 befindet sich auf einem Schließelement 63, das mit einem Gewinde 64 im Bodenelement 7 angeordnet ist. Das Schließelement 63 weist eine Ausnehmung 65 auf, die zwischen dem Schließelement 63 und dem Bodenelement 7 einen Freiraum läßt, in den Verteilungsbohrungen 34 vom äußeren Ringspalt 11 münden. Im Bereich der Ausnehmung 65 weist das Schließelement 63 auch Bohrungen 66 auf, durch die die Flüssigkeit in das Innere des Schließelements 63 gelangt und über den als Schlauchfülle ausgebildeten axialen Abflußanschluß 13 abfließen kann. Der Bereich der Ausnehmung 65 wird nach außen durch ein Dichtelement 67 abgedichtet. Durch mehr oder weniger starkes Herausdrehen des Schließelements 63 wird der Dichtkegel 62 mehr oder weniger stark geöffnet, so daß das Mengenverhältnis der aus dem inneren Ringspalt 10 und dem äußeren Ringspalt 11 strömenden Flüssigkeit verändert werden kann.

Bei dieser Variante werden überströmendes Medium und Permeat nicht getrennt abgeführt, sondern innerhalb der Vorrichtung rückvermischt, wodurch diese nur einen einzigen Abfluß benötigt. Es wird also eine zielsubstanzhaltige Partikelsuspension zugeführt und eine an Zielsubstanz abgereicherte Partikelsuspension abgeführt. Zur vollständigen Ad-

sorption der Zielsubstanz kann stromwärts im Kreislauf betrieben werden. Zweckmäßigerweise wird diese Ausführung in der Weise betrieben, daß sich der axiale Zuflußanschluß unten und der Abflußanschluß 13 oben befindet, wodurch sich die Entlüftung über die Entlüftungseinrichtung 16 erübrigt. Deren Funktion bei der Spülung des dem Abfluß entgegengesetzten Endes der Vorrichtung bleibt jedoch erhalten.

Das Fließschema einer Tandemanlage ist in Fig. 13a-c dargestellt. Es handelt sich dabei um eine Ausführungsform für die Zweistufenelution, bei der nach der Beladung zuerst mit Eluent 1 ein gebundener Kontaminant eluiert wird und dann mit Eluent 2 das Produkt. Die Stufen A und B sind identische Adsorbereinheiten, die entweder aus einem Einzelmodul oder aus parallel und/oder in Serie geschalteten Einzelmodulen bestehen. pA1, pA2, pB1, pB2, pM, pR sind Druckmeßorgane. UVA, UVB sind Monitore zur Bestimmung der UV-Extinktion. LA, LB Leitfähigkeitsmonitore, LDM und LDE Luftdetektoren (Trockenlaufschutz für die Pumpen), PM, PE Pumpen, FA, FB und FR Vorfiltereinheiten, die Ziffern 68 bis 109 bezeichnen die einzelnen auf-zu Funktionen der Ventile, wobei Ventulfunktionen mit identischen Aufgaben in den beiden Stufen gleiche Nummern haben und durch den Zusatzbuchstaben A bzw. B unterschieden werden. Bei den Ventilen mit den Ventulfunktionen 96 bis 98 und 100 bis 102 handelt es sich um Bypass-Ventile, die Ventulfunktionen 4A und 4B dienen als Rückstauventile die Ventulfunktionen 5A, 5B, 89 und 99 dienen zur Entleerung der Rohrleitungen, die Ventulfunktionen 1A, 1B, 3A und 3B der Entlüftung, 6A und 6B zur Öffnung eines Bypass von der Entlüftungseinheit der Module, das Ventil mit den Funktionen 103 bis 117 dient der Richtungsumkehr.

Fig. 13a stellt den Betriebszustand der Anlage dar, in dem Stufe A mit Medium beaufschlagt wird, während aus Stufe B das Produkt eluiert wird.

Fig. 13b stellt die Beaufschlagung der Stufen A und B mit Medium in Serienschaltung dar.

Die vorgenannten Schritte sind essentiell für das Tandemprinzip.

Fig. 13c gibt dagegen eine der Optionen wieder, die sich aus der speziellen Ventilbestückung der Ausführungsform ergeben. Während Stufe A mit Medium beaufschlagt wird, erfolgt bei Stufe B die Regeneration im geschlossenen Kreislauf und mit Rückspülung. Dabei ist das Regenerantfilter, dessen Bypass bei sämtlichen anderen Flüssigkeiten geschlossen ist, in den Kreislauf geschaltet, so daß partikuläre Verunreinigungen, die sich vom Adsorber ablösen können, nicht wieder ablagern.

Die Kreislaufschaltung ist auch bei den anderen, von der Pumpe PE geförderten Flüssigkeiten einsetzbar, und zwar in beiden Richtungen. Beispielsweise ist es auch möglich, den Eluenten 2, der bei dem angenommenen Anwendungsfall die Elution des Produktes bewirkt, im Kreislauf möglich. In diesem Fall wird anschließend das im Rohrsystem des Kreislaufs befindliche Produkt mit Puffer über die Produktabfuhr 69 aus dem System gespült.

Für einfachere Anwendungsfälle kann beispielsweise auf die Rückspülung verzichtet werden, wodurch sich das Richtungsumkehrventil (Ventulfunktionen 101 bis 107) erübrigt. In Fällen, in denen das Permeat als Produkt zu betrachten ist, wenn nämlich aus dem Medium Kontaminanten entfernt werden sollen, kann auf die mit Produktabfuhr bezeichneten Leitungen und die entsprechenden Armaturen verzichtet werden.

Diejenigen Ventulfunktionen (z. B. 14A, B und 15A, B), bei denen sich auf beiden Seiten stets dieselbe Flüssigkeit befindet (Produkt bzw. Permeat) dienen in erster Linie der effektiven Spülung, weil sie die getrennte Spülung der Stufen ermöglichen, ohne daß eine Kontamination der durchströmten Leitungen aus den nicht durchspülten möglich ist.

In Fig. 14a ist der lokale statische Druck 118 im Zuflußringspalt, der lokale statische Druck 119 im Abflußringspalt (bei freiem Abfluß) und die lokale Druckdifferenz 120 bei dem dimensionslosen Widerstandsparameter $A = 1$ dargestellt, wobei s die Länge der Strecke vom Eintritt in den Ringspalt symbolisiert.

Aus der Fig. 14b geht die mittlere Druckdifferenz in Abhängigkeit von A und in Fig. 14c die verlustfreie Kapazitätsausnutzung in Abhängigkeit von A hervor.

Erfindungsgemäß werden Vorrichtungen bevorzugt, deren Ringspaltdimensionen nach obiger Berechnung Werte von unter 0,2 ergeben, vorzugsweise unter 0,1. Zur Vermeidung unnötig großer Totvolumina wird als untere Grenze für A ein Wert von 0,02 bevorzugt.

Beispiel 1

Konzentrierung von Hämoglobin mit einem stark sauren Membranionenaustauscher

4 Volumina frisches Rinderblut wurden mit 1 Volumen einer wäßrigen Lösung von 3,8% tri-Natrium-Zitrat und 0,9% Natrium-Chlorid vermischt, 10 Minuten bei 3000 g zentrifugiert, der Überstand dekantiert, das Sediment (Erythrozyten) mit dem 10fachen Volumen entionisiertem Wasser hämolysiert, über eine 0,2 µm Mikrofiltrationsmembran cross-flow filtriert und der Hämoglobin-Gehalt des Permeats mit dem Reagenz nach Drabkin gegen einen Standard, beide Fa. Sigma Deisenhofen, bestimmt.

Das Permeat mit Kalium-Phosphat und entionisiertem Wasser auf einen pH von $6,0 \pm 0,05$, eine Ionenstärke von 5 mM und einen Hämoglobingehalt von 3 mg/ml gebracht und über eine erfindungsgemäße Vorrichtung der Ausführungsform I mit einer stark sauren Adsorptionsmembran (EP 0 538 315 B1, US-PS 5.547.575) von 8 m²-Fläche bei 60 Windungen gepumpt, bis die Extinktion im Permeat 10% der Extinktion der Ausgangslösung erreichte. Das erfolgte nach einem Volumen von 33 l.

Nach Spülen bis Erreichung der Basislinie wurde mit einer 0,1 molaren Lösung von Kaliumchlorid in Puffer eluiert, das Eluat in Fraktionen von 0,2 Litern aufgefangen und der Hämoglobingehalt bestimmt. Die erhaltenen Werte sind in der nachstehenden Tabelle 2 dargestellt.

Tabelle 2

Fraktion Nummer	Konz. Hb [mg/ml]	Total Hb [g/Fraktion]
1	0,0	0,00
2	2,04	0,41
3	27,2	5,54
4	80,2	16,04
5	87,4	17,84
6	84,9	16,98
7	58,3	11,66
8	38,2	7,64
9	12,7	2,54
10	7,4	1,48
11	4,6	0,92

Die Ausbeute an Hämoglobin betrug über alle Fraktionen 81,4% und 76,1% über die Fraktionen 3–8. Die Aufkonzentrierung war über diese Fraktionen 20fach, in den Spitzenfraktionen (5 und 6) 28fach.

Beispiel 2

Abtrennung von Endotoxin aus einer pyrogenhaltigen Lösung mit einer stark basischen Adsorptionsmembran

Als Pyrogentest wurde *Limulus-Amoebocyte-Lysat* der Fa. Bio-Whittaker, Ch. 422760 benutzt. Empfindlichkeit: 6 pg/ml.

Es wurde eine erfindungsgemäße Vorrichtung nach Ausführungsform II, bestückt mit einer stark basischen Adsorptionsmembran (EP 0 538 315 B1, US-PS 5,547,575) eingesetzt. Die Anzahl der Windungen der Adsorptionsmembran im wickelförmig ausgebildeten Adsorbermodul betrug 30, die Membranfläche 1 m².

Die Vorrichtung wurde zur Entpyrogenisierung mit 2 Liter 1 M Natriumhydroxid beaufschlagt und nach 60 min mit 5 l Puffer gespült. Der Pyrogentest ergab die Abwesenheit von Pyrogenen.

20 l einer Lösung von 0,5 g/l γ -Globulin-Fraktion vom Rind (Sigma Deisenhofen Best. Nr. G 7516, Lot No. 24H9306) und 100 ng/ml 100 ng/ml in 0,05 Mol/l Kalium-Phosphat-Puffer pH 6,0 wurden innerhalb eines Zeitraums von 10 Minuten über die Vorrichtung gepumpt und im Permeat die Proteinkonzentration bestimmt und auf Endotoxin geprüft.

Ergebnis: Proteinkonzentration 0,48 mg/ml. Pyrogentest negativ (entsprechend einem LRV von > 3,5).

Bezugszeichenliste

- 1 Adsorptionsmembran
- 2 äußeres Stützelement
- 3 inneres Stützelement
- 4 Vergußmasse
- 5 obere Endkappe
- 6 untere Endkappe
- 7 Bodenelement
- 8 Deckenelement
- 9 Mantelrohr
- 10 innerer Ringspalt
- 11 äußerer Ringspalt
- 12 axialer Anschluß für die Zufuhr von zu filtrierendem Mediums
- 13 axialer Anschluß für die Abfuhr von Permeat
- 14 Verteilungskanäle zum inneren Ringspalt
- 15 Kern
- 16 Entlüftungseinrichtung
- 17 Ausgleichseinheit

DE 197 11 083 A 1

18 Anpreßschraube für die Ausgleichseinheit	
19 untere Abdichtung des inneren Ringspalts	
20 obere Abdichtung des inneren Ringspalts	
21 Diffusionshemmdichtung	
22 Kernabdichtung	5
23 Abdichtung der Ausgleichseinheit	
24 Montagegewinde für das Bodenelement	
25 Zentrierungszylinder des Kerns	
26 Zentrierungszylinder des Bodenelements	
27 Steg der oberen Endkappe	10
28 Verbindungsflansch des Bodenelements	
29 unterer Verbindungsflansch des Mantelrohres	
30 oberer Verbindungsflansch des Mantelrohres	
31 Verbindungsflansch des Deckeelements	
32 Verteilungsschräge	15
33 Verteilungsrinne	
34 Verteilungskanäle vom äußeren Ringspalt	
35 O-Ring-Nut	
36 Verlängerungskern	
38 Durchführungskanäle	20
39 Distanzstege	
40 Körper des Verbindungsstücks, im oberen Teil als Boden- und im unteren Teil als Deckeelement ausgeführt	
41 Dichtelement	
42 Preßluftanschluß	
43 oberes Außengewinde des Kerns	25
44 Anschlußstück	
45 Adsorbermodul	
46 Außengewinde des Bodenelements	
47 Innengewinde des Kerns	
48 Kernverlängerung	30
49 Mantelrohrdichtung	
50 Mantelrohrdichtung	
51 Durchbrüche	
52 Diffusionshemmdichtungen	
53 Nut	35
54 Wickelkern	
55 Seitenwangen	
55' Seitenwangen	
56 Biegevorrichtung	
57 Eingießvorrichtung	40
58 Ring	
59 Gewinde	
60 radiale Verbindungskanäle	
61 axiale Bohrung	
62 Dichtkegel	45
63 Schließelements	
64 Gewinde	
65 Ausnehmung	
66 Bohrungen zur Verbindung mit dem Inneren des Schließelements 63	
67 Dichtelement	50
68 bis 109 auf- zu Funktionen der Ventile	
69 Produktabfuhr	
96 bis 98, 100 bis 102 Bypass-Ventile	
89 und 99 Ventilfunktion zur Entleerung	
103 bis 117 Ventilfunktion zur Richtungsumkehr	55
pA1, pA2, pB1, pB2, pM, pR Einzelmodule	
UVA, UVB Monitore zur Bestimmung der UV-Extinktion	
LA, LB Leitfähigkeitsmonitore	
LDM und LDE Luftdetektoren (Trockenlaufschutz für die Pumpen)	
PM, PE Pumpen	60
FA, FB und FR Vorfiltereinheiten	
4A und 4B Rückstauventile	
5A und 5B Ventilfunktionen zur Entleerung der Rohrleitungen	
1A, 1B, 3A und 3B Entlüftung	
6A und 6B Ventilfunktion zur Öffnung eines Bypass	65
PE Pumpe	
14A, B und 15A, B Spülung	
118 lokaler statischer Druck im Zuflußringspalt	

Patentansprüche

- 5 1. Vorrichtung zur Durchführung von adsorptiven Stofftrennungen mittels Permeation von Flüssigkeiten durch poröse Adsorptionsmembranen, wobei die Vorrichtung besteht aus einem Mantelrohr, das mit einem Boden- und einem Deckelement zu einem zylindrischen Gehäuse mit Anschlüssen für Flüssigkeitsein- und -auslässe verbunden ist,
- 10 welches mindestens ein wickelartig ausgebildetes Adsorbermodul mit einem darin konzentrisch angeordneten zylindrischen Kern aufnimmt und wobei das mindestens eine Adsorbermodul zwischen dem Boden- und dem Deckelement unter Ausbildung mindestens eines Flüssigkeitseinlaß- und mindestens eines Flüssigkeitsauslaßraumes derart eingeschlossen ist, daß die Flüssigkeiten bei der Permeation vom Flüssigkeitseinlaß zum Flüssigkeitsauslaß bestimmungsgemäß die porösen Adsorptionsmembranen des Adsorbermoduls passieren,
- 15 **dadurch gekennzeichnet**, daß das wickelartig ausgebildete Adsorbermodul einen Hohlzylinder aus mehr als einer Windung der Adsorptionsmembranen darstellt und zwischen seiner Innenfläche und dem zylindrischen Kern und zwischen seiner Außenfläche und dem Mantelrohr ein innerer und ein äußerer Ringspalt ausgebildet ist
- 20 2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Anschluß für die Zufuhr des Mediums durch radiale Kanäle im Kern mit dem inneren Ringspalt und der Anschluß für die Abfuhr des Permeats durch radiale Kanäle im Bodenelement mit dem äußeren Ringspalt verbunden sind,
3. Vorrichtung nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß sich der Anschluß für die Zufuhr des Mediums und der Anschluß für die Abfuhr des Permeats an entgegengesetzten Enden bezüglich der Ringspalten befinden,
- 25 4. Vorrichtung nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Anschlüsse für die Zufuhr des Mediums und die Abfuhr des Permeats in der Zylinderachse der Vorrichtung angeordnet sind,
5. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Verhältnis von Höhe und Länge der Ringspalte durch den dimensionslosen Widerstandsparameter A festgelegt ist,
- 30 6. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der dimensionslose Widerstandsparameter A unter 0,2, vorzugsweise unter 0,1 liegt,
7. Vorrichtung nach den Ansprüchen 5 und 6, dadurch gekennzeichnet, daß der innere und der äußere Ringspalt das gleiche Volumen besitzen,
8. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Ringspalten durch Abstandshalter offen gehalten sind, die gleichzeitig Stützfunktionen für das Adsorbermodul haben,
- 35 9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Abstandshalter durch Nuten auf der Oberfläche des zylindrischen Kerns und auf der inneren Umfangsfläche des Mantelrohres gebildet sind,
10. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß an den offenen Enden des Hohlzylinders des Adsorbermoduls Endkappen aus Kunststoff befestigt sind, die sich quer dazu erstrecken und die Stirnseiten des Adsorbermoduls fluiddicht in ein Material aus Kunststoff einbetten, wobei wenigstens eine der Endkappen ringförmig ausgebildet ist,
- 40 11. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Adsorbermodul auf der Außenfläche von einem für Fluide durchlässigen Stützelement umgeben ist, welches das Adsorbermodul gegen Zerstörung durch Druckbeanspruchungen schützt,
- 45 12. Vorrichtung nach den Ansprüchen 1 und 11, dadurch gekennzeichnet, daß das Adsorbermodul auf der Innenfläche ein für Fluide durchlässiges Stützelement besitzt, welches das Adsorbermodul gegen Zerstörung durch Druckbeanspruchungen schützt,
13. Vorrichtung nach den Ansprüchen 11 und 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Stützelemente als gelochtes Rohr oder als Gewebeschlauch ausgebildet sind,
- 50 14. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das poröse Adsorbens des wickelartig ausgebildeten Adsorbermoduls aus mindestens einer mikroporösen Adsorbermembran besteht,
15. Vorrichtung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß der Hohlzylinder des wickelartig ausgebildeten Adsorbermoduls aus Adsorptionsmembranen mit unterschiedlichen Adsorptionseigenschaften aufgebaut ist,
- 55 16. Vorrichtung nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens zwei Adsorptionsmembranen mit unterschiedlichen Adsorptionseigenschaften hintereinander zu dem Hohlzylinder aufgewickelt sind,
17. Vorrichtung nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens zwei Adsorptionsmembranen mit unterschiedlichen Adsorptionseigenschaften gleichzeitig zu dem Hohlzylinder aufgewickelt sind,
18. Vorrichtung nach den Ansprüchen 1 und 14 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß der Hohlzylinder des wickelartig ausgebildeten Adsorbermoduls aus Adsorptionsmembranen mit unterschiedlichen Porositäten aufgebaut ist, wobei die grobporigste Adsorptionsmembran auf der Anströmseite angeordnet ist,
- 60 19. Vorrichtung nach den Ansprüchen 1 und 14 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Adsorptionsmembranen in Form von Kationen-, Anionen-, Liganden-, Affinitäts- oder aktivierten Membranen oder in Kombination davon vorliegen,
20. Vorrichtung nach den vorstehenden Ansprüchen, dadurch gekennzeichnet, daß auf der Anströmseite des Adsorbermoduls ein zylindrisches, auswechselbares Sicherheitsfilter eingesetzt ist,
- 65 21. Vorrichtung nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß das Sicherheitsfilter aus einer schlauchförmigen Adsorptionsmembran besteht,
22. Vorrichtung nach den vorstehenden Ansprüchen, dadurch gekennzeichnet, daß das Adsorbermodul austausch-

- bar ist, wozu die Verbindung zwischen den Gehäuseteilen und gegenüber dem zylindrischen Kern lösbar sind.
23. Vorrichtung nach Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, daß die mechanische Verbindung zwischen dem Boden- und dem Deckelement und die Aufnahme axialer Dichtungskräfte durch den Kern erfolgt.
24. Vorrichtung nach Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, daß die mechanische Verbindung zwischen dem Boden- und dem Deckelement und die Aufnahme axialer Dichtungskräfte durch das Mantelrohr erfolgt.
25. Vorrichtung nach den vorstehenden Ansprüchen, dadurch gekennzeichnet, daß zur Veränderung der Trennkapazität das wickelförmig ausgebildete Adsorbermodul mit einer abgestuften Anzahl an Windungen und einem Kern mit daran angepaßtem Kerndurchmesser ausgestattet ist.
26. Vorrichtung nach den vorstehenden Ansprüchen, dadurch gekennzeichnet, daß zur Veränderung der Trennkapazität der Hohlzylinder des wickelförmig ausgebildeten Adsorbermoduls in abgestuften Längen ausgeführt ist und die Länge des Mantelrohres und des zylindrischen Kerns der Länge des Adsorbermoduls angepaßt sind.
27. Vorrichtung nach den Ansprüchen 25 und 26, dadurch gekennzeichnet, daß zur Veränderung der Trennkapazität die abgestufte Anzahl an Windungen und die abgestuften Längen des Hohlzylinder miteinander kombiniert sind.
28. Vorrichtung nach den Ansprüchen 26 und 27, dadurch gekennzeichnet, daß der zylindrische Kern durch Verwendung von Kernverlängerungen verlängerbar ist.
29. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in dem Mantelrohr eine Vielzahl von Adsorbermodulen mit einer entsprechenden Anzahl von zylindrischen Kernen strömungstechnisch in Parallelschaltung angeordnet sind, wobei die Kerne der anströmseitig vorliegenden Adsorbermodule in ihrem unteren Teil Durchführungskanäle aufweisen, durch die Flüssigkeiten aus dem inneren Ringspalt des vorliegenden Adsorbermoduls in den inneren Ringspalt des anströmseitig nachrangigen Adsorbermoduls gelangen.
30. Vorrichtung nach den vorstehenden Ansprüchen, dadurch gekennzeichnet, daß das Bodenelement zusätzlich radiale Kanäle enthält, die für den inneren Ringspalt am entgegengesetzten Ende in Bezug auf die Fluidzufuhr eine Retentatabfuhr darstellen.
31. Vorrichtung nach Anspruch 30, dadurch gekennzeichnet, daß die Retentatabfuhr durch ein am Bodenelement angeordnetes Schließelement regulierbar ist.
32. Vorrichtung nach den Ansprüchen 30 und 31, dadurch gekennzeichnet, daß sich zwischen der Permeatabfuhr und der Retentatabfuhr eine Rückvermischungsvorrichtung befindet und wobei das Mengenverhältnis von permeierender zu überströmender Flüssigkeitsmenge über eine nadelventilartige Einheit regulierbar ist.
33. Verwendung von Vorrichtungen gemäß der vorstehenden Ansprüche zur adsorptiven Stofftrennung, dadurch gekennzeichnet, daß mehrere Vorrichtungen strömungstechnisch in Parallelschaltung zu einer Filterstufe zusammengefaßt werden.
34. Verwendung von Vorrichtungen gemäß der Ansprüche 1 bis 30 zur adsorptiven Stofftrennung, dadurch gekennzeichnet, daß mehrere Vorrichtungen strömungstechnisch in Serienschaltung zu einer Filterstufe zusammengefaßt werden.
35. Verwendung von Vorrichtungen gemäß der vorstehenden Ansprüche zur adsorptiven Stofftrennung, dadurch gekennzeichnet, daß mehrere Vorrichtungen in einer Stofftrennanlage betrieben werden, die aus einer Kombination von Filterstufen besteht, die durch Parallel- und Serienschaltung von Vorrichtungen gebildet sind, wobei die Permeatströme der parallel geschalteten Vorrichtungen vor ihrem Eintritt in die Filterstufe der in Serie geschalteten Vorrichtungen vereinigt werden.
36. Verwendung von Vorrichtungen gemäß der vorstehenden Ansprüche zur adsorptiven Stofftrennung, dadurch gekennzeichnet, daß mehr als eine Vorrichtung oder mehr als eine Filterstufe in einer Tandemanlage zur adsorptiven Stofftrennung betrieben werden und folgende wiederkehrende Zyklen durchgeführt werden, die aus den Schritten bestehen:
- a) Beladen der ersten Vorrichtung oder ersten Filterstufe mit dem zu trennenden Stoffgemisch durch Durchströmen des Mediums durch diese erste Vorrichtung oder erste Filterstufe.
 - b) Umleiten des Mediums von der ersten Vorrichtung oder der ersten Filterstufe vor Durchbruch der Zielsubstanz auf eine zweite Vorrichtung oder zweite Filterstufe, die mit der ersten Vorrichtung oder der ersten Filterstufe identisch und frisch regeneriert ist.
 - c) Freispülen der ersten Vorrichtung oder ersten Filterstufe nach vollständiger Beladung vom Medium mit einer Pufferlösung bei Einleitung der Pufferlösung in die zweite Vorrichtung oder zweite Filterstufe.
 - d) Beladen der zweiten Vorrichtung oder zweiten Filterstufe mit Medium, während durch die erste Vorrichtung oder erste Filterstufe Elutionsflüssigkeit hindurch geströmt wird.
37. Verwendung der Vorrichtung nach den Ansprüchen 1 bis 32, dadurch gekennzeichnet, daß eine Vorrichtung oder eine Filterstufe in einer Anlage zur adsorptiven Stofftrennung betrieben wird und folgende wiederkehrende Zyklen durchgeführt werden, die aus den Schritten bestehen:
- a) Beladen der Vorrichtung oder Filterstufe mit dem zu trennenden Stoffgemisch durch Durchströmen des Mediums durch diese Vorrichtung oder Filterstufe.
 - b) Unterbrechen des Hindurchströmens des Mediums durch die Vorrichtung oder Filterstufe vor Durchbruch der Zielsubstanz.
 - c) Freispülen der Vorrichtung oder Filterstufe nach Beladung vom Medium mit einer Pufferlösung bei Einleitung der Pufferlösung in einen Tank.
 - d) Gewinnen des gewünschten Stoffes durch Hindurchströmen von Elutionsflüssigkeit durch die Vorrichtung oder Filterstufe.
 - e) Regenerieren der Vorrichtung oder Filterstufe.
38. Verwendung der Vorrichtung gemäß den Ansprüchen 33 und 34, dadurch gekennzeichnet, daß die Zyklen durch einen Prozeßrechner automatisch gesteuert werden.
39. Verwendung der Vorrichtungen gemäß der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die wickelförmig ausgebildeten Adsorbermodule der Vorrichtungen von innen nach außen von den Flüssigkeiten durchströmt

DE 197 11 083 A 1

werden.

40. Verwendung der Vorrichtungen gemäß der vorstehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtungen vorzugsweise bei senkrecht stehender Zylinderachse mit Flüssigkeiten von oben nach unten durchströmt werden.

5

Hierzu 17 Seite(n) Zeichnungen

10

15

20

25

30

35

40

45

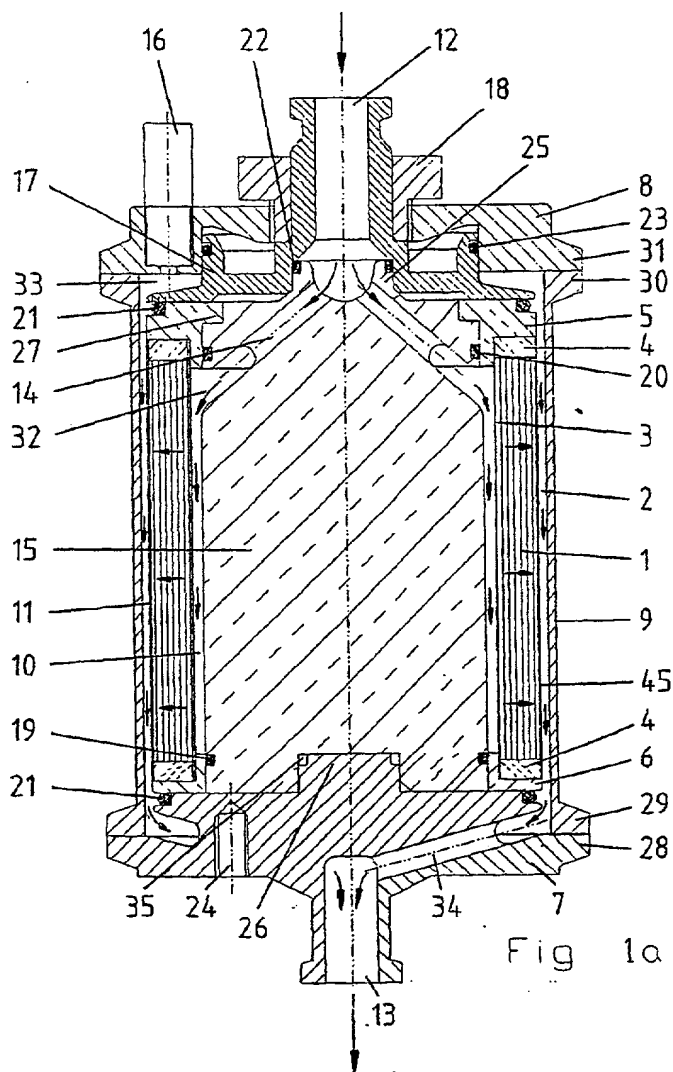
50

55

60

65

- Leerseite -



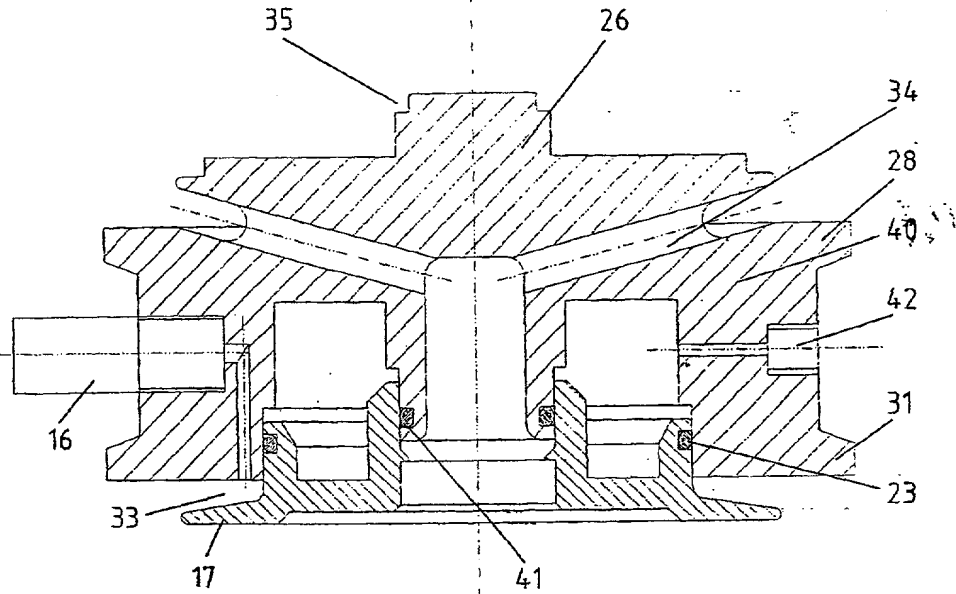


Fig. 1b

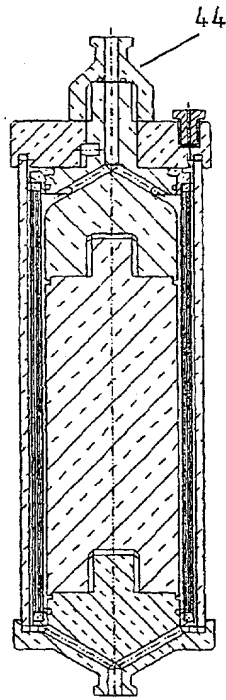


Fig 2a

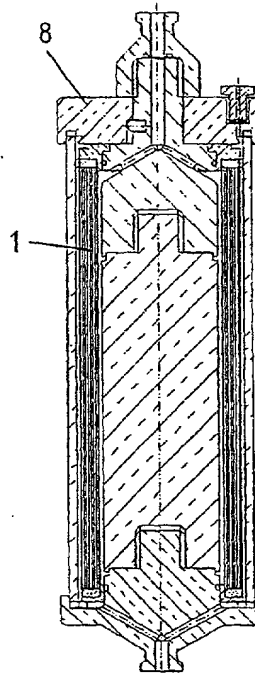


Fig 2b

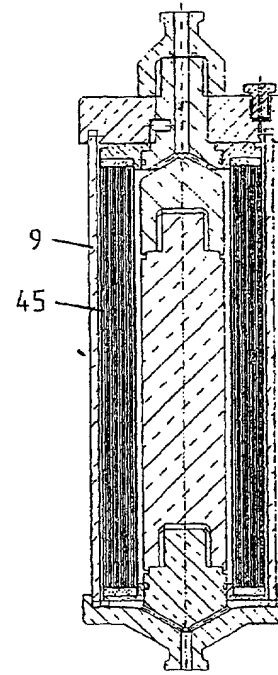
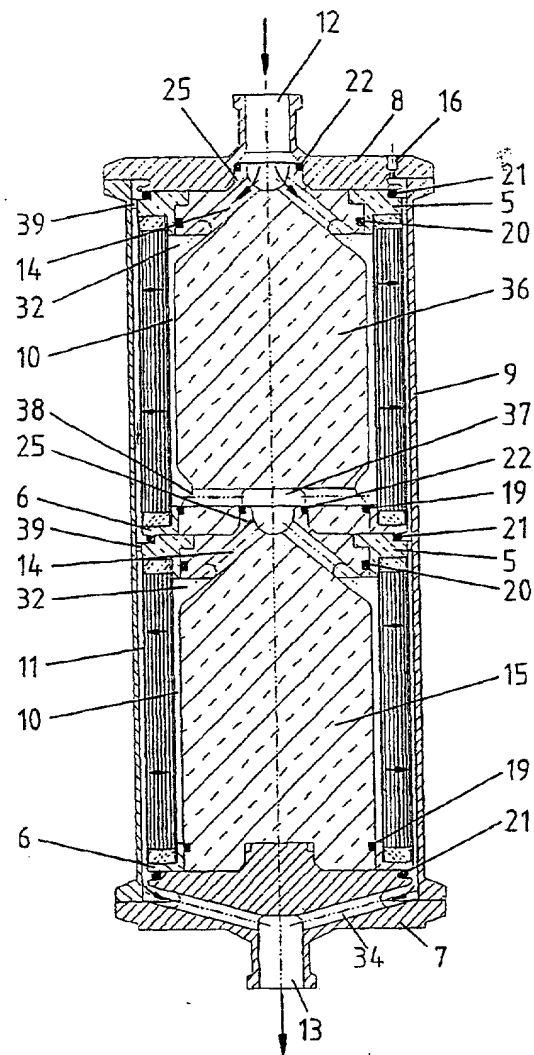


Fig 2c

Fig. 3



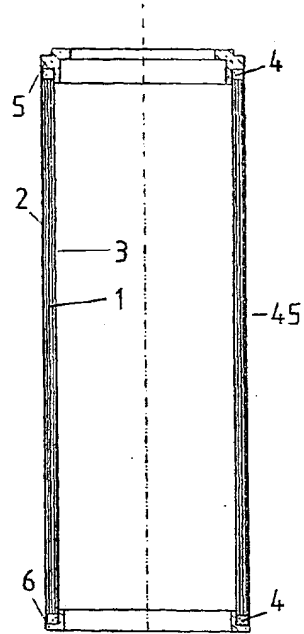


Fig 4a

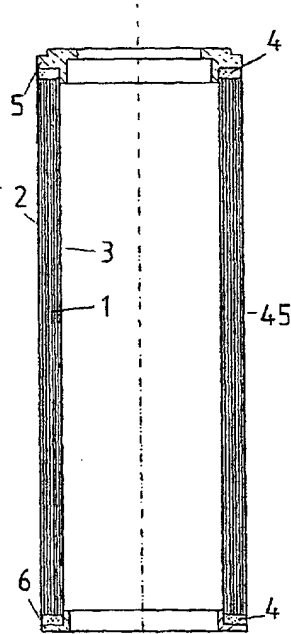


Fig 4b

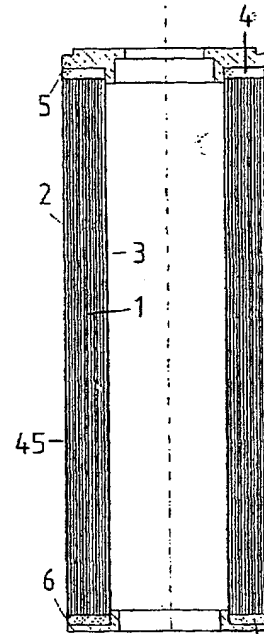


Fig. 4c

Fig. 5a

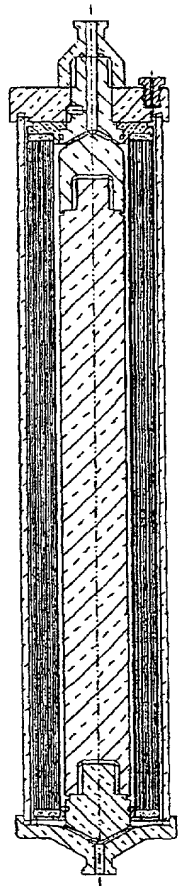


Fig. 5b

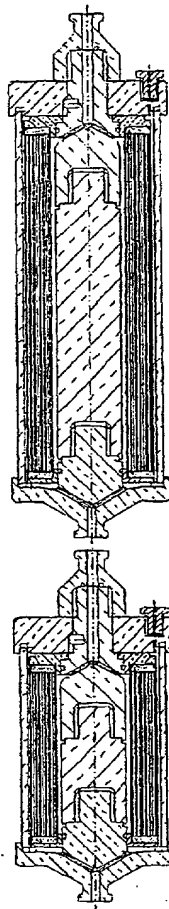


Fig. 5c

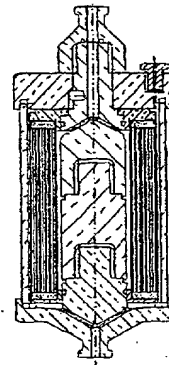
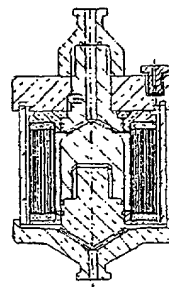


Fig. 5d



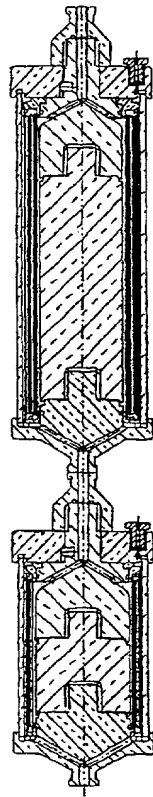


Fig. 6a

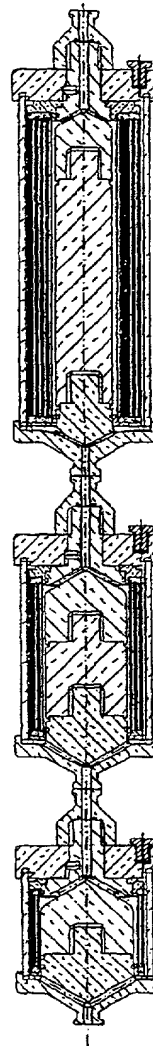


Fig 6b

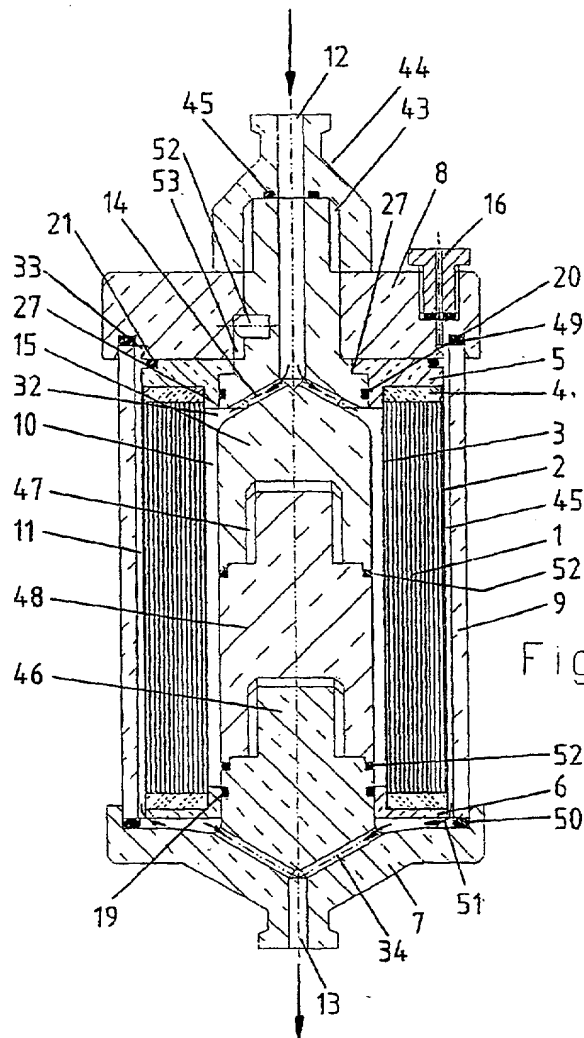


Fig. 7

Fig. 8a

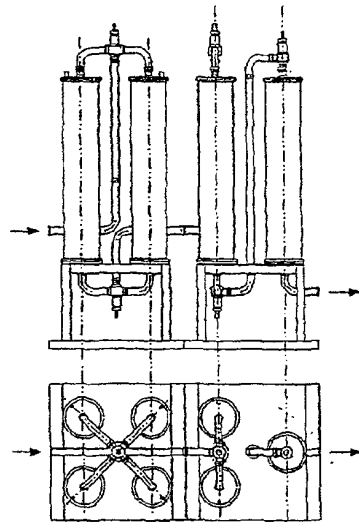


Fig. 8b

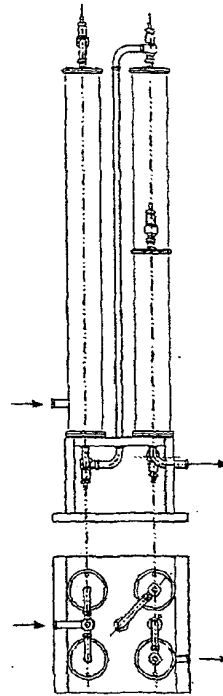


Fig. 8c

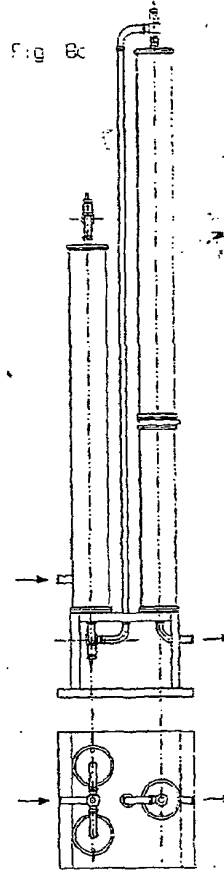


Fig. 9a

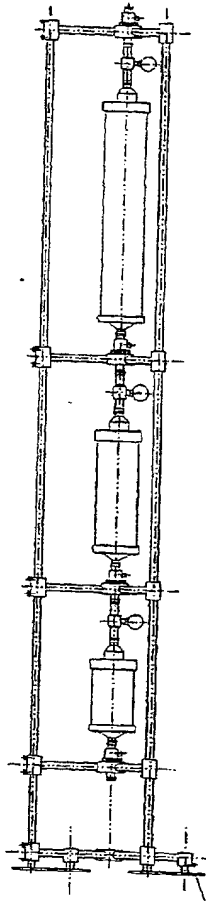


Fig. 9b

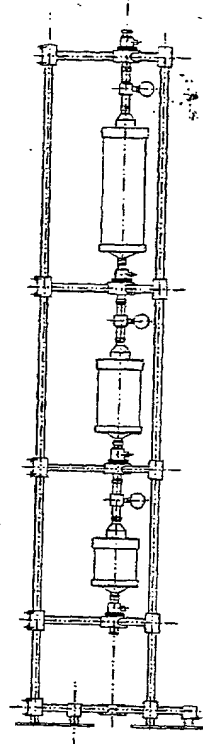
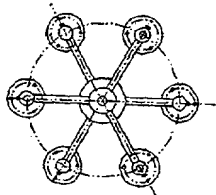


Fig. 9c



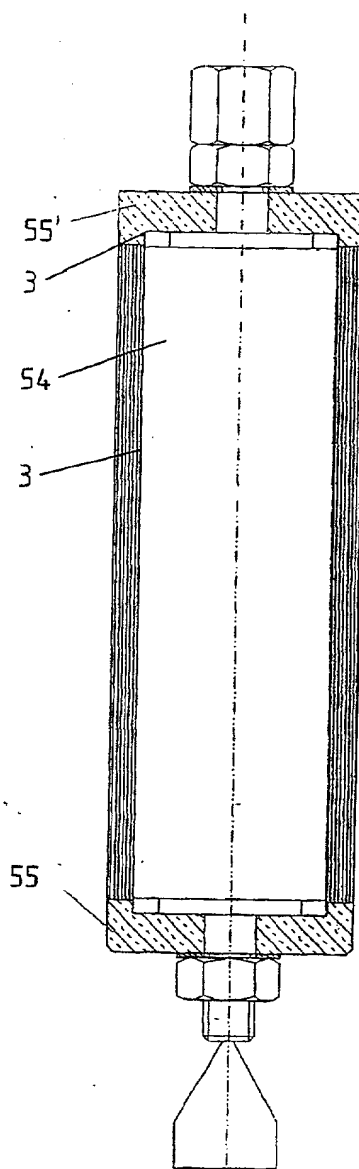
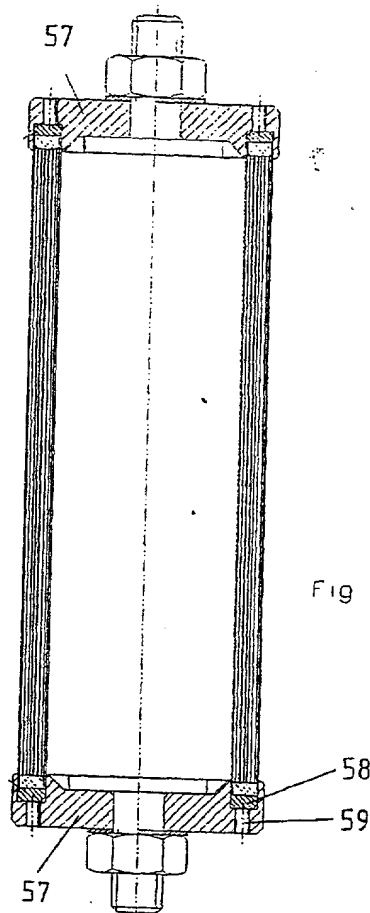
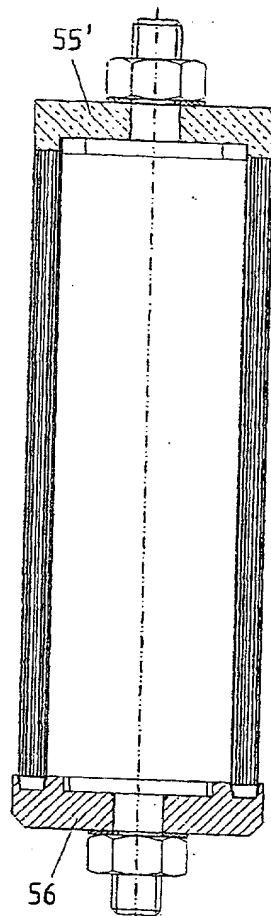
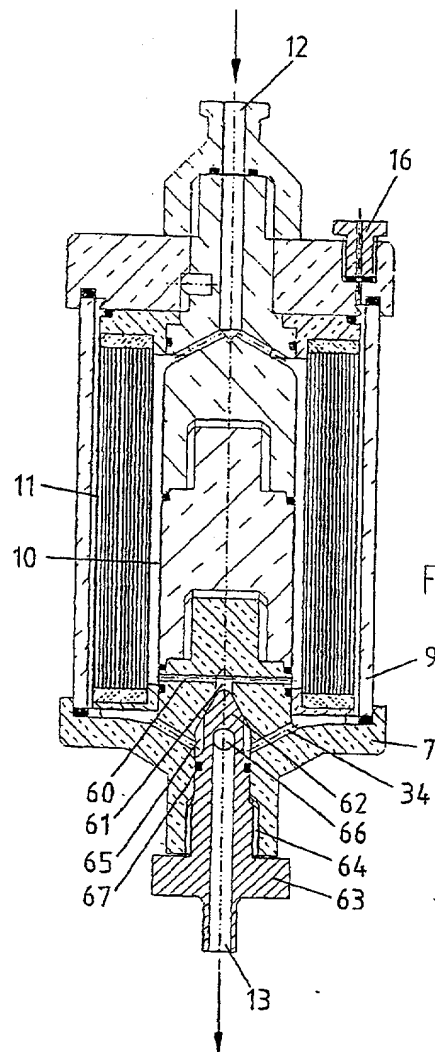


Fig.10





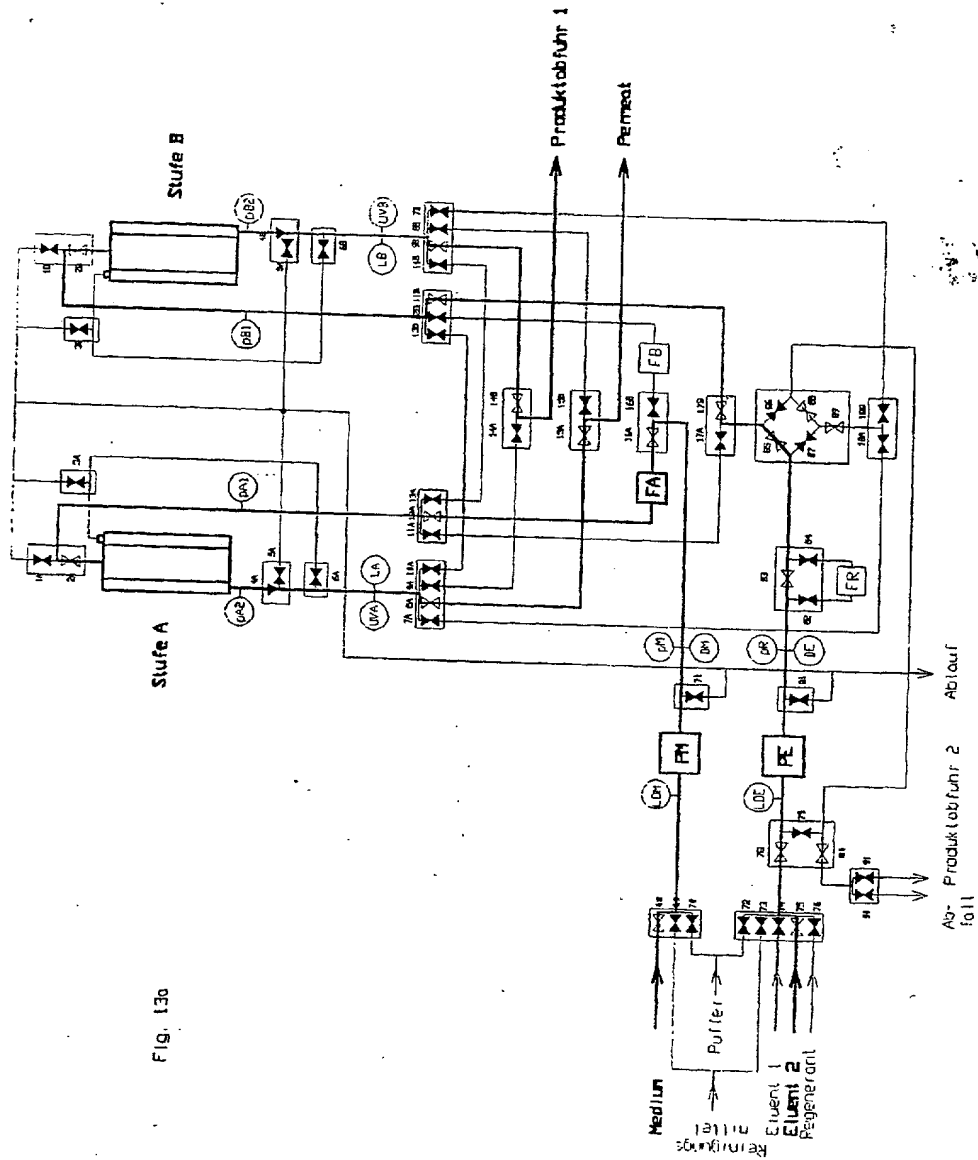
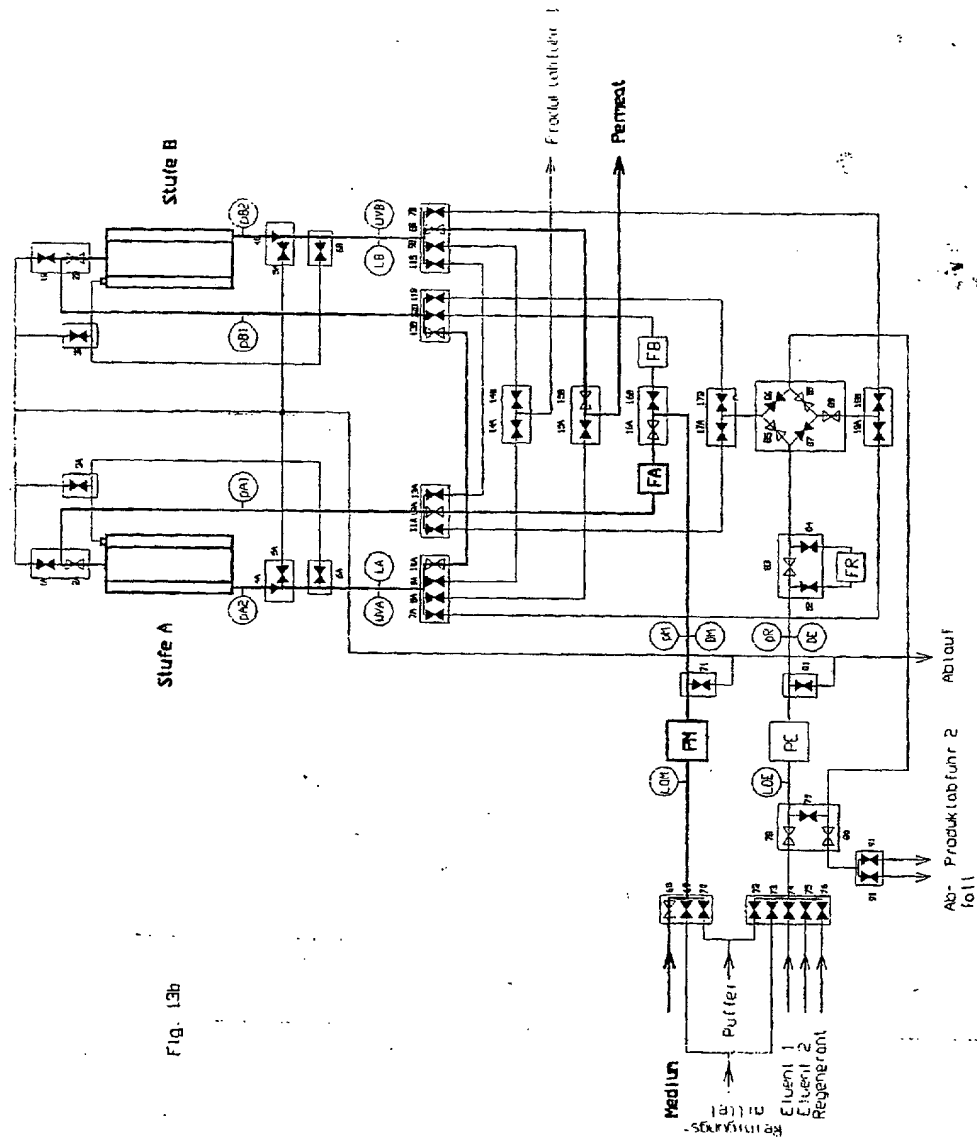


Fig. 13a



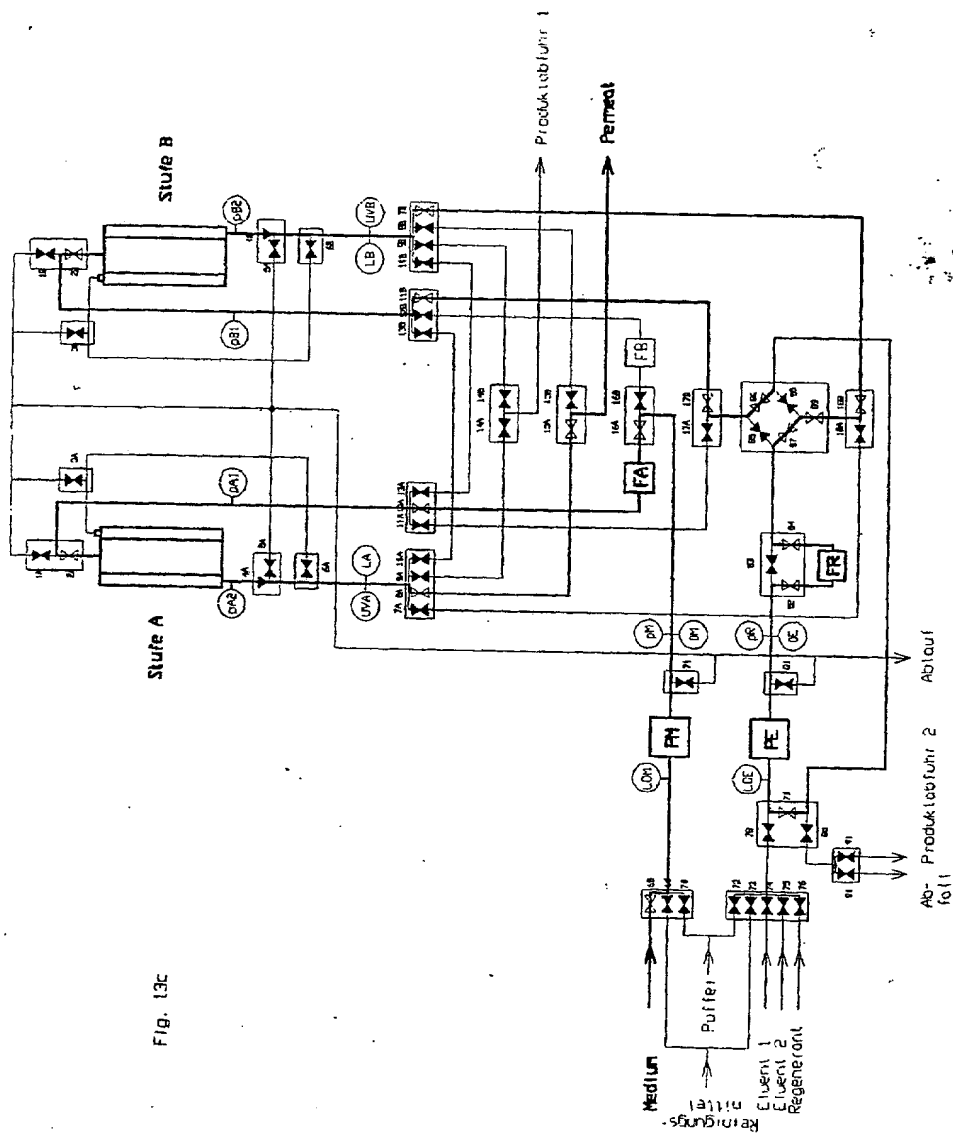


Fig. 13c

Fig. 14 a

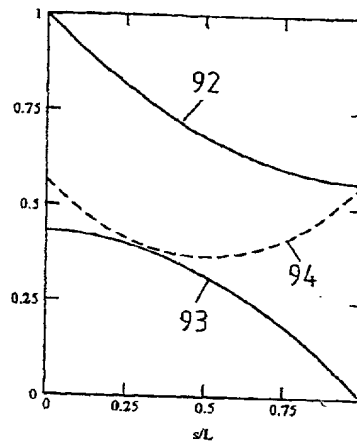


Fig. 14 b

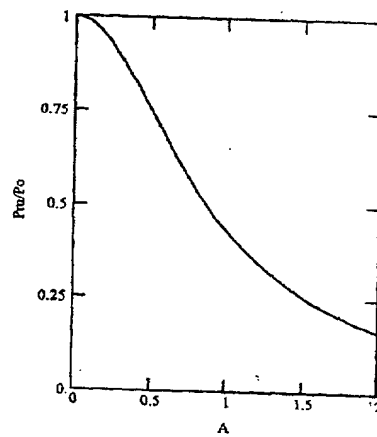


Fig. 14 c

